

**SINTESIS BASA SCHIFF DARI 4-FORMILPIRIDINA DAN ANILINA  
MENGUNAKAN METODE PENGADUKAN (PELARUT AIR)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
MOCHAMAD ICHROM SALAFI  
NIM. 16630005**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2021**

**SINTESIS BASA SCHIFF DARI 4-FORMILPIRIDINA DAN ANILINA  
MENGUNAKAN METODE PENGADUKAN (PELARUT AIR)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
MOCHAMAD ICHROM SALAFI  
NIM. 16630005**

**Diajukan Kepada:  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang  
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2021**

**SINTESIS BASA SCHIFF DARI 4-FORMILPIRIDINA DAN ANILINA  
MENGUNAKAN METODE PENGADUKAN (PELARUT AIR)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
MOCHAMAD ICHROM SALAFI  
NIM. 16630005**

**Telah diperiksa dan disetujui oleh:**

**Pembimbing I**



**Rachmawati Ningsih, M.Si  
NIP. 19810811 200801 2 010**

**Pembimbing II**



**Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I  
NIPT. 201402011409**

**Mengetahui,  
Ketua Program Studi**



**Elok Kamilah Hayati, M.Si  
NIP. 19790620 200604 2 002**

**SINTESIS BASA SCHIFF DARI 4-FORMILPIRIDINA DAN ANILINA  
MENGUNAKAN METODE PENGADUKAN (PELARUT AIR)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
MOCHAMAD ICHROM SALAFI  
NIM. 16630005**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 21 Juni 2021**

<b>Penguji Utama</b>	<b>: Dr. Anton Prasetyo, M.Si</b> NIP. 19770925 200604 1 003	
<b>Ketua Penguji</b>	<b>: Ahmad Hanapi, M.Sc</b> NIDT. 19851225 20160801 1 069	
<b>Sekretaris Penguji</b>	<b>: Rachmawati Ningsih, M.Si</b> NIP. 19810811 200801 2 010	
<b>Anggota Penguji</b>	<b>: Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I</b> NIPT. 20142011409	

**Mengetahui,  
Ketua Program Studi**

  
**Elok Kamilah Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Mochamad Ichrom Salafi

NIM : 16630005

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis Basa Schiff Dari 4-Formilpiridina dan Anilina  
Menggunakan Metode Pengadukan (Pelarut Air).

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan, atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 23 Juni 2021

Yang membuat pernyataan,



Mochamad Ichrom Salafi

NIM. 16630005

## KATA PENGANTAR

*Allhamdulillahhi robbilalamiin*

Puji dan syukur penulis panjatkan atas kehadiran Allah SWT, berkat rahmat-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **Sintesis Basa Schiff Dari 4-Formilpiridina dan Anilina Menggunakan Metode Pengadukan (Pelarut Air)**. Sholawat serta salam tidak lupa penulis panjatkan kepada Nabi Besar Muhammad SAW yang telah membimbing umatnya dari zaman kegelapan hingga terang benderang.

Ucapan terimakasih juga penulis sampaikan kepada pihak yang telah memberikan kontribusi baik dukungan moral maupun spiritual demi suksesnya penyusunan skripsi ini, karena tentu saja penulis tidak dapat mengerjakan segala hal tanpa bantuan dari pihak lain. Oleh karena itu, pada kesempatan ini dengan segala kerendahan hati, penulis ucapkan terimakasih kepada:

1. Kedua orang tua yang selalu memberi dukungan baik materi, tenaga, maupun doa agar dilancarkan dan diberi kemudahan dalam melaksanakan pendidikan.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua program studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan motivasi kepada penulis.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan saran serta masukan dalam pengerjaan skripsi kepada penulis.
4. Bapak Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I, selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan saran dan masukan kepada penulis.
5. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc, selaku konsultan penulis yang telah mengarahkan dan memberikan masukan dalam penulisan dan penelitian kepada penulis.

6. Bapak Dr. Anton Prasteyo, M.Si, selaku penguji yang telah mengarahkan serta memberikan masukan kepada penulis.
7. Teman-teman seperjuangan penulis yang telah bekerja sama dalam pembelajaran di bangku sarjana.
8. Sahabat-sahabat dalam membangun motivasi penulis untuk menyelesaikan pendidikan.
9. Kakak tingkat yang berikan saran masukan kepada penulis terhadap penulisan skripsi.
10. Teman-teman asrama ad-Dhuha yang memberikan motivasi penulis untuk menyelesaikan gelar sarjana.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan naskah skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Terlebih lagi, penulis juga masih dalam proses belajar. Oleh sebab itu, mohon kiranya dimaklumi kepada para pembaca, bila menemukan kesalahan-kesalahan dalam penulisan naskah skripsi ini. Walaupun demikian, penulis tetap berharap skripsi yang ditulis ini dapat bermanfaat.

Malang, 21 Juni 2021

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERSETUJUAN .....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN .....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR LAMPIRAN .....	ix
DAFTAR TABEL .....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR PERSAMAAN .....	xii
ABSTRAK .....	xiii
ABSTRACT .....	xiv
ملخص.....	xv
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan .....	4
1.4 Batasan Masalah .....	4
1.5 Manfaat .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>6</b>
2.1 Anilina.....	6
2.2 4-Formilpiridina .....	7
2.3 Senyawa basa Schiff .....	8
2.3.1 Sintesis Basa Schiff dengan Metode <i>Green Chemistry</i> .....	9
2.3.2 Reaksi Pembentukan Senyawa Basa Schiff Menggunakan Pelarut Air .	12
2.4 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff.....	15
2.4.1 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Menggunakan spektroskopi FTIR .	15
2.4.2 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Menggunakan KG-SM.....	17
2.4.3 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Menggunakan spektroskopi NMR .	19
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>21</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	21
3.2 Alat dan Bahan.....	21
3.2.1 Alat.....	21
3.2.2 Bahan .....	21
3.3 Rancangan Penelitian .....	22
3.4 Tahapan Penelitian .....	22
3.5 Cara Kerja .....	22
3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari 4-Formilpiridina dan Anilina (1:1) dengan Variasi Waktu Pengadukan Pelarut Air .....	22
3.5.2 Uji Titik Leleh Produk Sintesis dengan MPA .....	23
3.5.3 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis dengan Spektroskopi FTIR.....	23
3.5.4 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis dengan KG-SM.....	24
3.5.5 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis dengan <sup>1</sup> H-NMR.....	24



3.5.6 Analisis Data .....	24
3.5.7 Analisis dalam Perspektif Islam.....	25
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>26</b>
4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari 4-Formilpiridina dan Anilina dengan Variasi Waktu Pengadukan.....	26
4.2 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR .....	28
4.3 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan KG-SM .....	30
4.4 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan $^1\text{H}$ -NMR .....	33
4.5 Integrasi Penelitian Dalam Perspektif Islam.....	36
<b>BAB V PENUTUP.....</b>	<b>39</b>
5.1 Kesimpulan .....	39
5.2 Saran .....	39
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>40</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>45</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian .....	45
Lampiran 2. Diagram Alir.....	46
Lampiran 3. Perhitungan.....	49
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi.....	51
Lampiran 5. Identifikasi Bahaya dan Penilaian Resiko .....	59

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Serapan inframerah dari beberapa gugus fungsi .....	15
Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik reaktan dan kelima produk hasil sintesis.....	28
Tabel 4.2 Gugus fungsi hasil identifikasi spektra IR produk.....	29
Tabel 4.3 Hasil karakterisasi KG-SM .....	31
Tabel 4.4 Interpretasi spektrum $^1\text{H}$ -NMR produk basa Schiff.....	34

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur senyawa anilina .....	6
Gambar 2.2 Struktur senyawa 4-formilpiridina .....	7
Gambar 2.3 Reaksi umum sintesis basa Schiff .....	8
Gambar 2.4 Mekanisme reaksi pembentukan basa Schiff dari 4-formilpiridina dan anilina .....	14
Gambar 2.5 Spektra hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan anilina menggunakan variasi katalis asam belimbing wuluh.....	17
Gambar 2.6 Kromatogram produk sintesis senyawa basa Schiff.....	19
Gambar 2.7 Spektrum massa puncak 1 .....	19
Gambar 2.8 Spektrum massa puncak 2 .....	19
Gambar 4.1 Dugaan mekanisme reaksi basa Schiff dari anilina dan 4- formilpiridina .....	27
Gambar 4.2 Spektra IR dari reaktan dan kelima produk hasil sintesis .....	28
Gambar 4.3 Hasil kromatogram kelima senyawa produk.....	31
Gambar 4.4 Spektra massa P <sub>10</sub> , P <sub>15</sub> , P <sub>25</sub> , P <sub>35</sub> , P <sub>45</sub> .....	32
Gambar 4.5 Prediksi pola fragmentasi dari senyawa hasil sintesis.....	33
Gambar 4.6 Prediksi pola fragmentasi lain .....	33
Gambar 4.7 Spektrum <sup>1</sup> H-NMR dengan waktu pengadukan 45 menit.....	34

## DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Hukum Hooke's .....	16
Persamaan 2.2 Menghitung persen (%) kadar .....	18

## ABSTRAK

Salafi, Mochamad Ichrom. 2021. **Sintesis Basa Schiff Dari 4-Formilpiridina dan Anilina Menggunakan Metode Pengadukan (Pelarut Air)**. *Skripsi*. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si. Pembimbing II: Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I. Konsultan: Ahmad Hanapi, M.Sc.

---

**Kata Kunci:** Basa Schiff, 4-Formilpiridina, Anilina, Pelarut air, Metode Pengadukan.

Senyawa basa Schiff merupakan senyawa yang memiliki gugus khas imina atau *azometin* ( $\text{-HC=N-}$ ). Senyawa ini terbentuk dari reaksi antara amina primer dengan karbonil. Sintesis basa Schiff N-(piridina-4-ilmetilena) anilina terbuat dari reaksi antara 4-formilpiridina dengan anilina menggunakan metode pengadukan. Pada proses sintesis ini dibantu oleh media air, bertujuan agar lebih mudah saat proses pengadukan dan berguna agar lebih mudah untuk menghomogenkan antar reaktan. Perbandingan mol antar reaktan yang digunakan adalah 1:1 dengan variasi pengadukan 10, 15, 25, 35 dan 45 menit. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui waktu pengadukan yang terbaik, serta untuk mengetahui sifat fisik dan hasil karakterisasi dari produk sintesis. Senyawa produk dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR, KG-SM dan  $^1\text{H-NMR}$ .

Hasil penelitian ini menunjukkan waktu terbaik dalam proses sintesis menggunakan metode pengadukan adalah 10 menit, memiliki massa rendemen 1,2494 gram. Produk yang dihasilkan berbentuk padatan berwarna putih kekuningan, memiliki titik leleh kisaran 69-70 °C. Hasil karakterisasi spektroskopi FTIR menunjukkan adanya serapan khas gugus imina pada bilangan gelombang  $1618\text{ cm}^{-1}$  yang tampak tajam di spektra FTIR. Hasil karakterisasi KG-SM menunjukkan adanya 1 puncak yang muncul pada waktu retensi 30,014 menit dengan luas area atau kemurnian 100%, serta pada spektra menunjukkan ion molekular  $m/z$  182 yang sesuai dengan berat molekul senyawa basa Schiff N-(Piridina-4-ilmetilena) anilina. Karakterisasi  $^1\text{H-NMR}$  menunjukkan 6 lingkungan proton yang sesuai dengan karakter senyawa produk, serta didukung dengan adanya sinyal khas berbentuk *singlet* yang muncul dari proton imina dengan pergeseran kimia 8,45 ppm.

## ABSTRACT

Salafi, Mochamad Ichrom. 2021. **Synthesis of Schiff Base From 4-Formylpyridine and Aniline Used Stirring (Water Solvent) Method.** Undergraduate Thesis. Study Program of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si. Supervisor II: Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I. Consultant: Ahmad Hanapi, M.Sc.

---

**Keyword:** Schiff Base, 4-Formilpiridina, Anilina, Water Solvent, Stirrer Method

Schiff base compound is a compound that have a typical group imine or azometin ( $\text{-HC=N-}$ ). This compound is formed from the reaction between primary amine and carbonyl. Synthesis of Schiff base N- (Pyridin-4-ylmethylene) Aniline is made from the reaction between 4-formylpyridine and aniline using the stirring method. The synthesis process is assisted by water media, aiming to make it easier during the mixing process and useful to make it easier to homogenize between reactants. The mole ratio between reactants used was 1:1 with stirring variations of 10, 15, 25, 35 and 45 minutes. This study aims to determine the best stirring time and to determine the physical properties and characterization results of synthetic products. The product compounds were characterized using FTIR, KG-SM and  $^1\text{H-NMR}$  spectroscopy.

The results of this study indicate that the best time in the synthesis process using the stirring method is 10 minutes, has a yield mass of 1.2494 grams. The resulting product is a yellowish-white solid, with a melting point of 69-70 °C. The results of FTIR spectroscopic characterization showed the presence of a typical imine group uptake at the wave number 1618  $\text{cm}^{-1}$  which was sharp in the FTIR spectra. The results of GC-MS characterization showed that there was 1 peak that appeared at the retention time of 30.014 minutes with an area or purity of 100%, and the spectra showed the  $m/z$  182 molecular ion which corresponds to the molecular weight of the base compound Schiff N- (Pyridin-4-ylmethylene) Aniline. The  $^1\text{H-NMR}$  characterization showed 6 proton environments that matched the character of the product compounds, and was supported by a singlet-shaped distinctive signal that emerged from the imine protons with a chemical shift of 8.45 ppm.

## ملخص

سلفي, محمد إحام. 2021. مركبات قواعد شيف 4-فورميل بيريدين وأنيلين باستخدام طريقة التحريك (مذيب الماء). البحث العلمي. قسم الكيمياء, كلية العلوم والتكنولوجيا, الجامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى رحموي نيجسية, الماجستير, المشرف الثاني: الدكتور مخلص فخر الدين الماجستير, الاستشاري: أحمد حنفي الماجستير.

**الكلمة الأساسية:** قواعد شيف, 4-فورميل بيريدين, الأنيلين, مذيب الماء, طريقة التحريك

مركبات قاعدة شيف هي مركبات لها مجموعة فريدة من الإيمينات أو الأزوميتينات (-ن=هـج-) يتكون هذا المركب من التفاعل بين الأمينات الأولية والكربونيل. تصنيع قاعدة الأنيلين شيف - ن (بيريدين-4-إيلميثيلين) من التفاعل بين 4-فورميل بيريدين والأنيلين باستخدام طريقة التحريك. دعم عملية التوليف بواسطة الوسائط المائية, بغرض تسهيلها أثناء عملية الخلط ومفيد لتسهيل التجانس بين المواد المتفاعلة. كانت نسبة الخلد بين المواد المتفاعلة 1:1 باختلافات التقلب 10, 15, 25, 35 و 45 دقيقة. غرض البحث لمعرفة أفضل وقت تقلب وتحديد الخصائص الفيزيائية ونتائج توصيف المنتجات التركيبية. تمييز مركبات المنتج باستخدام التحليل الطيفي فتيير, كج-سم, 1ه-نمر.

نتائج البحث تشير أن أفضل وقت في عملية التوليف باستخدام طريقة التحريك هو 10 دقيقة, وله عائد كتلة 1,2494. المنتج الناتج عبارة عن مادة صلبة بيضاء مصفرة مع درجة انصهار من 69-70 درجة مئوية. ظهرت نتائج التوصيف الطيفي فتيير وجود امتصاص نموذجي لمجموعة إيمينا عند رقم الموجة 1618 سم<sup>-1</sup> والذي كان حادًا في أطيف. فتيير ظهر نتائج توصيف كج-سم ذروة واحدة ظهرت في وقت الاحتفاظ البالغ 30.014 دقيقة بمساحة 100%. , وأظهرت الأطيف الأيون الجزيئي 182 م/ز يتوافق بلوزن الجزيئي للمركب الأساسي شيف ن- (فريدينا-4-غيلميتان) الأنيلين. أظهر توصيف 1ه-نمر تظهر 6 بيئات بروتونية تتطابق مع خصائص مركبات المنتج, وكان مدعومًا بوجود إشارة مميزة على شكل قطعة واحدة انبثقت من بروتونات الإيمين بتحول كيميائي قدره 8,45 جزء في المليون.



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Basa Schiff atau imina adalah senyawa yang dihasilkan dari reaksi adisi eliminasi amina primer ( $R-NH_2$ ) terhadap suatu senyawa karbonil, baik keton, maupun aldehida (Hart, 2003). Senyawa imina memiliki gugus fungsi yang khas, yaitu ikatan rangkap karbon dengan nitrogen ( $C=N$ ), yang biasanya disebut gugus *azometin* (Sirumapea, dkk., 2015).

Basa Schiff merupakan senyawa organik yang digunakan sebagai katalis, ligan sintesis senyawa kompleks dan stabilisator polimer (Sembiring, dkk., 2013). Aplikasi lain dari senyawa basa Schiff yakni dapat digunakan sebagai penghambat (inhibitor) korosi (Chitra, dkk., 2010). Selain itu senyawa basa Schiff juga banyak dimanfaatkan dalam dunia farmakologi, karena senyawa basa Schiff mampu menunjukkan berbagai aktivitas biologis seperti antioksidan (Mohana, dkk., 2013), antijamur (Brodowska, dkk., 2014), antibakteri (Ashraf, dkk., 2011), antimalaria (Da Silva, dkk., 2011), antitumor (Anand, dkk., 2012), insektisida dan antikanker (Kose, dkk., 2015).

Senyawa basa Schiff memiliki rumus umum  $RHC=N-R_1$ . Senyawa R dan  $R_1$  pada rumus umum, berupa senyawa alkil, aril maupun heterosiklik (Ashraf, dkk., 2011). Senyawa heterosiklik sudah sering kali digunakan, karena memiliki banyak manfaat dalam aktivitas biologis. Seperti halnya piridina, piridina merupakan senyawa heterosiklik yang memiliki beberapa potensi sebagai aktivitas biologis seperti antijamur dan antimikroba (Klimesova, dkk., 1999).

Menggunakan senyawa heterosiklik dalam sintesis basa Schiff memungkinkan untuk meningkatkan aktivitas biologis dari produk hasil sintesis sendiri, sehingga banyak ilmuwan yang telah mencoba mensintesis basa Schiff menggunakan senyawa heterosiklik seperti, Lovely dan Chirstudhas (2013) mensintesis basa Schiff serta uji antimikroba dan uji aktivitas pembelahan *Deoxyribo Nucleic Acid* (DNA) dari 4-pyridinecarboxaldehyde dan 3-aminopyridine dengan hasil 85%. Selanjutnya Malakyan (2016) berhasil mensintesis basa Schiff kompleks tembaga menggunakan *pyridinecarboxaldehydes* dan *l-Tryptophan* dengan hasil 85, 75 dan 80%.

Seiring meningkatnya kepedulian para peneliti terhadap lingkungan, dalam sintesis senyawa basa Schiff, sekarang banyak peneliti yang mulai mencari metode yang lebih efisien serta ramah lingkungan, Allah SWT telah menjelaskan dalam al-Quran surat ar Rum ayat 41 berbunyi:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ

يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

*Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (kejalan yang benar)” (Q.S ar Rum: 41)*

Firman Allah SWT dalam ayat ini bertujuan untuk menegur kita dengan berbagai musibah (kebakaran, kemarau, kekeringan, dan lain-lain). Agar kita berfikir bahwa itu disebabkan dari perbuatan tangan kita sendiri, sehingga kita sadar dan dapat kembali ke jalan yang benar, tidak menimbulkan kerusakan dan

kemudhorotan lagi di bumi (Shihab, 2002). Melihat banyaknya kerusakan di muka bumi, para peneliti mulai mengenalkan metode yang lebih efisien dan ramah lingkungan.

Metode ramah lingkungan atau yang dikenal *green synthesis* memiliki beberapa aspek diantaranya menggunakan pelarut yang ramah lingkungan, tidak menggunakan pelarut (*solvent free*) dan menggunakan katalis alami (Adawiyah, 2017). Metode *green synthesis* ini memiliki kelebihan waktu yang efisien, dapat dikerjakan dalam suhu ruang, dengan biaya lebih murah serta berkurangnya resiko pencemaran pada lingkungan. Telah banyak peneliti yang melakukan sintesis basa Schiff menggunakan metode *green synthesis* di antaranya Patil (2012), berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari 2-hidoksibenzaldehida dan *p*-toluidina dengan katalis alami jus lemon, dengan menggunakan metode *stirrer* pada suhu ruang dalam waktu 30 menit, mendapatkan hasil rendemen 94%. Kemudian Naqvi, dkk. (2009), melakukan sintesis basa Schiff dari 3-kloro-4-fluoro anilina dan benzaldehida tersubstitusi menggunakan metode *stirrer* dengan pelarut air selama 30 menit, memiliki hasil rendemen 80-90%.

Pembentukan senyawa imina dipengaruhi oleh beberapa faktor, yakni suhu, pH, dan waktu reaksi (Solihati, 2011). Banyak peneliti mulai mengembangkan metodenya untuk mencari rendemen yang terbaik, salah satunya mensintesis basa Schiff menggunakan variasi waktu pengadukan, seperti Zarei dan Jarrahpour (2011) yang mensintesis senyawa azo-basa Schiff dengan mereaksikan azo-aldehida dan berbagai macam senyawa amina menggunakan metode *stirrer* pelarut air, dengan rendemen 90-99% dalam waktu 30 dan 45 menit. Selain itu Rao, dkk. (2010), berhasil melakukan sintesis basa Schiff menggunakan metode *stirrer*

memakai pelarut air dari 1,2-diaminobenzena dengan senyawa hetero aromatik aldehida dalam waktu 10-14 menit dengan hasil 94-96%.

Berdasarkan uraian di atas tentang banyaknya manfaat senyawa basa Schiff dan potensi dari senyawa heterosiklik, kemudian anjuran Allah SWT untuk merawat lingkungan. Maka pada penelitian ini, sintesis basa Schiff menggunakan 4-formilpiridina dan anilina yang dilakukan dengan metode ramah lingkungan yakni metode pengadukan (*stirrer*) menggunakan pelarut air dengan variasi waktu 10, 15, 25, 35 dan 45 menit.

### **1.2 Rumusan Masalah**

- a. Berapa waktu pengadukan terbaik pada sintesis senyawa basa Schiff dari 4-formilpiridina dan anilina dengan metode *stirrer* pelarut air?
- b. Bagaimana karakteristik senyawa basa Schiff hasil sintesis dari 4-formilpiridina dan anilina menggunakan metode *stirrer* pelarut air?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

- a. Mengetahui waktu pengadukan terbaik dalam sintesis senyawa basa Schiff dari 4-formilpiridina dan anilina menggunakan metode *stirrer* pelarut air.
- b. Mengetahui karakteristik senyawa basa Schiff hasil sintesis dari 4-formilpiridina dan anilina menggunakan metode *stirrer* pelarut air.

### **1.4 Batasan Masalah**

- a. Sintesis ini menggunakan metode *green synthesis*, yakni metode pengadukan menggunakan pelarut air.

- b. Sintesis basa Schiff dilakukan dengan variasi waktu pengadukan 10, 15, 25, 35 dan 45 menit.
- c. Karakterisasi senyawa hasil sintesis basa Schiff menggunakan Spektroskopi *Fourier Transform Infrared Red* (FTIR), Kromatografi Gas Spektrometri Massa (KG-SM), dan  $^1\text{H}$ -NMR.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah mengenai sintesis dan karakterisasi senyawa basa Schiff dari 4-formilpiridina dan anilina menggunakan metode pengadukan, dengan variasi waktu pengadukan 10, 15, 25, 35 dan 45 menit. Serta memberikan informasi mengenai karakteristik senyawa basa Schiff hasil sintesis.

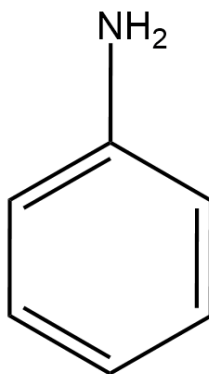
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Anilina

Anilina merupakan senyawa organik dengan rumus senyawa  $C_6H_5NH_2$ . Senyawa ini terdiri dari gugus amina primer dan terikat pada gugus fenil. Senyawa anilina bermanfaat sebagai bahan kimia pembuatan karet, bahan pembuatan pewarna, bahan untuk pestisida dan bidang farmasi (Husna, dkk., 2012). Anilina memiliki sifat fisik berbentuk cairan berminyak, merah kecoklatan, memiliki titik didih  $184\text{ }^{\circ}\text{C}$ , titik leleh  $-6\text{ }^{\circ}\text{C}$ , berat molekul  $93,13\text{ g/mol}$ , berat jenis  $1,0217\text{ g/mL}$  (Petrucchi, 2011).

Senyawa anilina yang biasa disebut fenilamin atau amino benzena sangatlah aktif, karena memiliki gugus amina primer ( $-NH_2$ ). Gugus amina tersebut membuat anilina menjadi nukleofil yang baik dan dapat digunakan untuk reaksi basa Schiff (Fessenden dan Fessenden, 1982). Senyawa imina dapat dibentuk menggunakan reaksi adisi eliminasi antara senyawa anilina dengan senyawa karbonil (aldehida atau keton) (Hanapi, 2016). Struktur senyawa anilina ditampilkan pada Gambar 2.1.

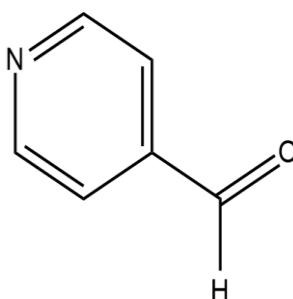


Gambar 2.1 Struktur senyawa anilina (Husna, dkk., 2012).

## 2.2 4-Formilpiridina

*4-pyridine carboxaldehyde* atau biasa disebut 4-formilpiridina merupakan senyawa organik dengan rumus struktur  $C_5H_5NO$  yang terbentuk dari turunan aldehida piridina (Saglam, dkk., 2007). Turunan aldehida dan piridina ini diambil dari gugus formaldehida yang berikatan dengan senyawa heterosiklik yaitu piridina. Senyawa 4-formilpiridina sangatlah menarik pada kimia organik dan sintesis karena memiliki atom nitrogen pada cincin senyawa piridina, hal ini sangat berharga untuk pembentukan senyawa kompleks basa Schiff sehingga dapat meningkatkan aktivitas biologis (Malakyan, dkk., 2016).

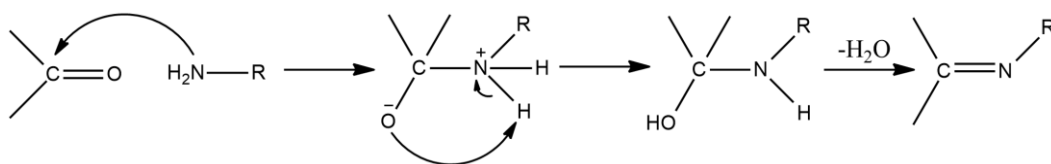
Senyawa 4-formilpiridina memiliki banyak manfaat di bidang obat-obatan (Abdallah, dkk., 2016). Selain itu, senyawa piridina sebagai senyawa heterosiklik memiliki banyak aktivitas biologi. Oleh karena itu senyawa basa Schiff dari senyawa heterosiklik memiliki potensi kuat sebagai antibakteri, antijamur, dll., (Lovely dan Christudhas, 2013). Sifat-sifat fisik 4-formilpiridina berbentuk cairan, berwarna kuning kegelapan, titik didih  $77-78\text{ }^{\circ}\text{C}$ , titik leleh  $-4\text{ }^{\circ}\text{C}$ , pH 7-8, berat molekul 107,11 gr/mol, dan densitas 1,137 gr/mL (Saglam, dkk., 2007). Struktur 4-formilpiridina ditampilkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur senyawa 4-formilpiridina (Saglam, dkk., 2007).

### 2.3 Senyawa Basa Schiff

Senyawa basa Schiff atau biasa disebut dengan senyawa imina dan *azometin* memiliki ciri struktur khas dengan gugus  $-C=N-$ , yang rumus umumnya adalah  $RHC=N-R_1$ . Senyawa R dan  $R_1$  pada rumus umum dapat berupa senyawa alkil, aril maupun heterosiklik (Ashraf, dkk., 2011). Senyawa ini dikenal pada tahun 1864 oleh ilmuwan yang berasal dari Jerman yakni Hugo Schiff. Ilmuwan tersebut membuat senyawa basa Schiff dengan mengkondensasi amina primer dan karbonil (Adawiyah, 2017). Senyawa imina, anil atau basa Schiff dapat diperoleh dengan mengadisi amina primer terhadap senyawa karbonil baik aldehida maupun keton, dengan katalis asam (Fessenden dan Fessenden, 1982) atau tanpa katalis (Hart, 2003). Secara umum reaksi umum sintesis basa Schiff ditampilkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Reaksi umum sintesis basa Schiff (Hart, 2003).

Gambar 2.3 menunjukkan bahwa reaksi basa Schiff terjadi 2 tahap dimana tahap pertama adanya adisi gugus amina primer terhadap senyawa karbonil. Kemudian tahap kedua pelepasan  $H_2O$  untuk menstabilkan senyawa. Metode sintesis basa Schiff terbagi menjadi dua metode, yakni metode konvensional dan metode ramah lingkungan.

Metode konvensional merupakan metode lama yang menggunakan alat refluks dengan menggunakan pelarut organik untuk mereaksikan senyawa karbonil



dengan amina primer, sedangkan untuk memisahkan hasil produk terhadap kandungan airnya dalam produk digunakan reagen *azotroping* (Zarei dan Jarrahpour, 2011). Namun, metode konvensional memiliki beberapa kekurangan yakni waktu yang lama, membutuhkan pelarut yang volatil, memakai katalis asam, dan membutuhkan energi tinggi. Oleh karena itu para ilmuwan mencoba untuk menggunakan metode ramah lingkungan.

### 2.3.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode *Green Chemistry*

Ramah lingkungan telah banyak di jelaskan dalam al-Quran maupun hadis, Islam mengajarkan kita agar hidup ramah lingkungan, salah satu ayat yang difirmankan oleh Allah SWT untuk menyinggung manusia agar menjaga alam adalah surat Hud ayat 61:

وَإِلَىٰ ثَمُودَ أَخَاهُمْ صَالِحًا قَالَ يَاقَوْمُ اعْبُدُوا اللَّهَ مَا لَكُم مِّنْ إِلَهِ غَيْرُهُ ۖ هُوَ أَنشَأَكُمْ مِّنَ الْأَرْضِ وَاسْتَعْمَرَكُمْ فِيهَا فَاسْتَغْفِرُوا لَهُمْ ثُمَّ تَوْبُوا إِلَيْهِ ۚ إِنَّ رَبِّي قَرِيبٌ مُّجِيبٌ ﴿٦١﴾

*Artinya: Dan kepada Tsamud kami utus saudara mereka Shaleh. Shaleh berkata sembahlah Allah, sekali-kali tidak ada bagimu Tuhan selain dia. Dia telah menciptakanmu dari bumi (tanah) dan menjadikanmu pemakmurnya, karena itu mohonlah ampunannya dan bertobatlah kepadanya. Sesungguhnya Tuhanku amat dekat rahmatnya lagi memperkenankan doa hambanya.*

Ayat di atas menjelaskan bahwa tidak ada tuhan selain dia, karena Allah SWT adalah *Rabbul'alam* (tuhan seluruh alam) sehingga Allah SWT akan melayani semua yang diciptakannya tak hanya manusia namun alam semesta. Kemudian ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah telah menciptakan kita dari bumi dan tugas kita untuk memakmurkannya (bumi) dalam artian memelihara,

menyelamatkan dan mengelolanya, sehingga menghasilkan kemakmuran bagi lingkungan dan manusia. Pada penjelasan tersebut sebenarnya telah tersirat dalam firman Allah pada surat al Baqarah ayat 30:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً ۖ قَالُوا أَتَجْعَلُ فِيهَا مَن يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ الدِّمَاءَ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ ۖ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ ﴿٣٠﴾

*Artinya: Ingatlah Ketika Tuhanmu berfirman kepada malaikat: Sesungguhnya aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi. Mereka berkata: Mengapa engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji engkau dan mensucikan engkau. Tuhan berfirman: sesungguhnya aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui.*

Pandangan khalifah pada ayat di atas sangatlah banyak menurut Umar Shihab (2005) khalifah tersebut sebagai wakil tuhan atau pengganti untuk penguasa di bumi dalam menegakkan keadilan. Selanjutnya oleh Quraish Shihab (2013) dijelaskan pertama: Manusia, yang dalam hal ini dinamai khalifah, kedua: Alam raya, yang ditunjuk adalah bumi, ketiga: Hubungan antara manusia dan alam raya serta segala isinya. Tugas khalifah di muka bumi merupakan tugas yang istimewa memiliki tanggung jawab besar atas pengelolaan alam semesta untuk kesejahteraan umat manusia karena alam semesta diciptakan tuhan untuk manusia, serta sebagai wakil tuhan diberi tugas untuk menegakkan kebenaran, keadilan serta membasmi kebatilan. (Ilyas, 2016). Allah SWT telah memberikan agama Islam sebagai *rahmatan lil'amin* (rahmat bagi seluruh alam), sehingga manusia sebagai wakil Allah SWT di bumi memiliki amanat bertindak dengan rasa kasih dan sayang kepada seluruh ciptakaan Allah SWT baik sesamanya maupun alam semesta.

Metode ramah lingkungan atau biasa disebut *green chemistry* merupakan metode baru yang digagas oleh para ilmuwan dalam sintesis senyawa imina atau basa Schiff untuk mengurangi kerusakan di bumi. Metode *green chemistry* memiliki kelebihan mengurangi polusi, biaya murah, dan prosesnya sederhana. Selain itu, metode ini juga efisien mengurangi waktu reaksi, menambah selektivitas, serta mempermudah pemisahan dan pengambilan produk (Yadav dan Mani, 2013).

*Green chemistry* sebagai metode ramah lingkungan bertujuan untuk merancang metode atau produk kimia baru yang dapat mengurangi kerusakan pada lingkungan (Bhandari dan Seema, 2017). *Green chemistry* diarahkan pada pengembangan senyawa dan proses baru yang tidak berbahaya pada kesehatan manusia dan lingkungan, serta *green chemistry* memiliki tiga komponen utama yang perlu diperhatikan untuk digunakan yakni pelarut, reagen/katalis dan konsumsi energi (Ivankovic, dkk., 2017). Menurut Karagolge dan Gur (2016) *green chemistry* memiliki 12 prinsip pendekatan diantaranya sebagai berikut:

- a. Pencegahan limbah: pengurangan limbah dan pengolahannya setelah produksi.
- b. Hemat atom: perancangan dalam mengoptimalkan proses reaksi penggabungan semua zat saat sintesis, sehingga dapat menghemat atom.
- c. Rancangan sintesis kimia yang tidak berbahaya: prosedur sintesis harus dipikirkan, untuk menggunakan dan memproduksi senyawa kimia yang toksisitas rendah atau tidak beracun bagi makhluk hidup dan lingkungan.
- d. Pembuatan senyawa kimia dan produk yang lebih aman.
- e. Penggunaan zat pelarut dan katalis yang tidak berbahaya.

- f. Tingkatan efisiensi energi: perancangan metode sehingga memakai energi yang sedikit dan meminimalkan dampak terhadap lingkungan. Prosedur sintesis dilakukan pada tekanan dan suhu lingkungan.
- g. Penggunaan bahan dasar yang dapat diperbarui.
- h. Hindari derivatif kimia/derivatif yang tidak diperlukan (penggunaan gugus penghalang, gugus terproteksi/deproteksi, dan perubahan sementara proses kimia/fisika) sebaiknya diminimalkan atau dihindari jika memungkinkan, karena langkah-langkah tersebut membutuhkan reagen tambahan dan dapat menghasilkan limbah.
- i. Gunakan katalis bukan reagen stoikiometri, artinya reagen katalitik (seselektif mungkin) merupakan reagen stoikiometri.
- j. Menghasilkan produk kimia yang dapat terdegradasi, sehingga setelah fungsi dipakai, dapat berkurang dan tidak membahayakan lingkungan hidup.
- k. Analisis yang tepat untuk mencegah kontaminasi: analisis ini bertujuan untuk melakukan pengamatan, kontrol sehingga tidak menghasilkan produk berbahaya, baik saat sintesis dan jangka panjang.
- l. Meminimalkan potensi kecelakaan: pemilihan senyawa (bahan kimia), untuk meminimalkan risiko kecelakaan, seperti ledakan dan kebakaran.

### **2.3.2 Reaksi Pembentukan Senyawa Basa Schiff Menggunakan Pelarut Air**

Pembentukan senyawa basa Schiff memiliki beberapa metode. Salah satunya adalah metode yang ramah lingkungan. Berbagai macam metode ramah lingkungan diantaranya, seperti penggerusan, menggunakan katalis asam alami atau tanpa katalis dan salah satunya pengadukan menggunakan pelarut air. Air

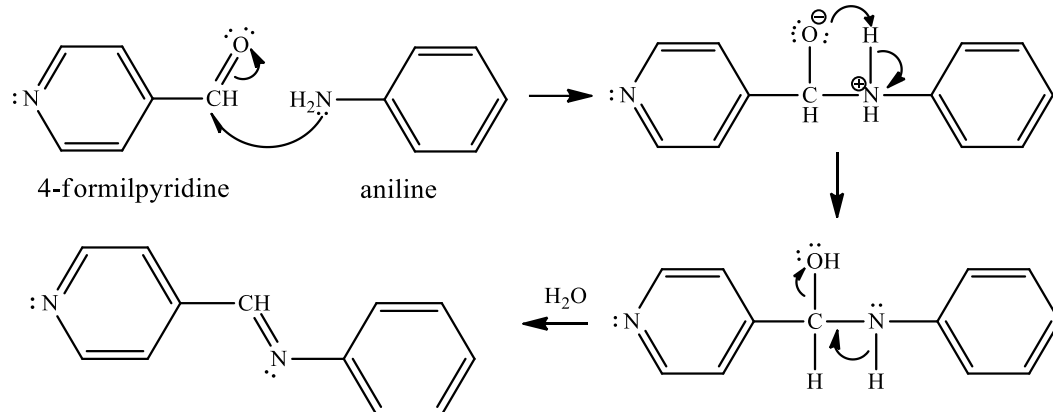
merupakan salah satu ciptaan Allah SWT yang sangat bermanfaat sesuai dengan yang difirmankan oleh-Nya pada surat an-Nahl ayat 11:

يُنَبِّتُ لَكُمْ بِهِ الزَّرْعَ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ إِنَّ فِي  
ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

Artinya: “Dia menumbuhkan bagi kamu dengan air hujan itu tanam-tanaman, zaitun, korma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkan.”

Menurut Shihab (2002) ayat di atas menjelaskan bahwa air yang diturunkan dari langit sangatlah bermanfaat seperti menumbuhkan tanam-tanaman, biji-bijian dan buah-buahan, serta sesungguhnya dalam ciptaan Allah SWT di atas terdapat tanda bagi orang yang memikirkan dan menggunakan akalanya terhadap kekuasaan Allah SWT. Ayat tersebut menyatakan Allah SWT menciptakan sesuatu dengan segala manfaatnya, seperti halnya air. Air merupakan kandungan paling banyak di bumi dan tubuh manusia serta sangat berguna bagi kehidupan dan semua ekosistem di alam. Dari segala manfaat air, salah satunya adalah pengganti pelarut berbahaya dalam sintesis basa Schiff. Hal tersebut juga untuk menerapkan metode ramah lingkungan sehingga tidak merusak alam.

Pembentukan imina dari 4-formilpiridina dan anilina dengan menggunakan pelarut air terjadi dalam 2 tahapan yakni adisi oleh amina primer dan eliminasi. Mekanisme reaksi pada pembentukan basa Schiff 4-formilpiridina dan anilina ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Mekanisme reaksi pembentukan basa Schiff dari 4-formilpiridina dan anilina.

Tahapan pertama reaksi pada Gambar 2.4 adalah adisi amina primer (nukleofil) dari anilina ke atom C pada gugus aldehida dari 4-formilpiridina, kemudian pada tahap kedua eliminasi  $\text{H}_2\text{O}$  membentuk senyawa imina. Telah banyak yang melakukan sintesis basa Schiff dengan pelarut air seperti Naqvi, dkk. (2009) berhasil mereaksikan 2-kloro-4-fluoroanilina dan benzaldehida tersubstitusi menggunakan pelarut 10 mL air, dan diaduk pada suhu ruang selama 30 menit dengan hasil rendemen basa Schiff 80-90%. Kemudian Rao, dkk. (2010) berhasil melakukan sintesis basa Schiff memakai pelarut 10 mL air dari 1,2-diaminobenzena dan senyawa hetero aromatik aldehida dalam waktu 10-14 menit dengan hasil rendemen 94-96%. Selanjutnya Zarei dan Jarahpour (2011) mensintesis azo-basa Schiff dengan mereaksikan azo-aldehida dan senyawa amina menggunakan pelarut 5 mL air dalam waktu 30-45 menit mendapatkan hasil 90-99%.

## 2.4 Karakterisasi Produk Sintesis

### 2.4.1 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR

Spektroskopi FTIR merupakan suatu instrumen yang menggunakan radiasi elektromagnetik inframerah untuk mengetahui gugus-gugus fungsi dari suatu senyawa (Khopkar, 2003). Prinsip kerja instrumen tersebut adalah interaksi radiasi elektromagnetik berupa sinar inframerah (IR) yang dikenakan pada molekul. Molekul tersebut kemudian mengadsorpsi radiasi yang menyebabkan terjadi vibrasi antar molekul, setelah itu molekul yang bervibrasi mengemisikan sejumlah energi dan meneruskan ke detektor, sehingga dari hal tersebut dapat diketahui gugus fungsi suatu senyawa melalui bilangan gelombang yang ditampilkan pada spektra (Day dan Underwood, 1999). Cara identifikasi gugus fungsi suatu senyawa dapat dilakukan dengan mencocokkan bilangan gelombang yang ditampilkan pada spektra dengan tabel serapan inframerah yang dirangkum pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Serapan inframerah dari beberapa gugus fungsi (Khopkar, 2003).

Gugus Fungsi	Senyawa	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )
C-H	Alkana	2853-2962
	Alkena	3010-3095
	Alkuna	3300
	Aromatik	3030
	Aldehida	2700-2900
O-H	Alkohol	3550-3200
	Fenol	3244
C-O-C	Eter	1150-1085
	Keton	1675-1725
C=O	Aldehida	1720-1740
C=C	Aromatik	1475 dan 1600
N-H	Amina primer	3500
	Sekunder	3310-3500
	Amida	3140-3320
C=N	Imina	1471-1689

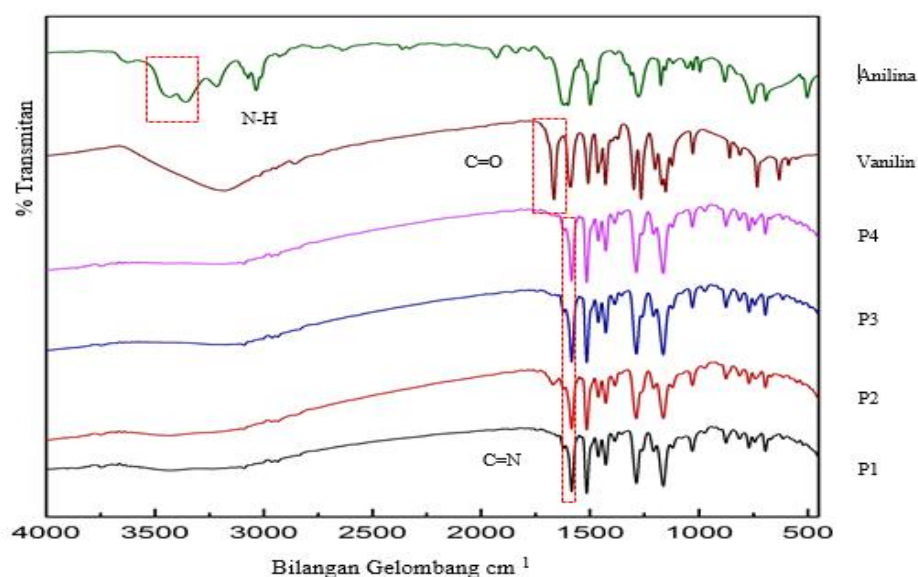
Bilangan gelombang dari frekuensi vibrasi dapat juga diperkirakan dengan penerapan hukum Hooke's seperti yang ditunjukkan pada Persamaan 2.1.

$$\nu = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{f}{(Mx.My)(Mx+My)}} \dots\dots\dots 2.1$$

Dimana  $\nu$  adalah frekuensi vibrasi ( $\text{cm}^{-1}$ );  $c$  adalah kecepatan cahaya ( $\text{cm/s}$ ); dan  $f$  adalah konstanta gaya ( $\text{dyne/cm}$ ) (Supratman, 2010).

Keberhasilan sintesis basa Schiff dapat dilihat dari hilangnya serapan gugus amina primer (N-H) *stretching* dari senyawa anilina pada bilangan gelombang  $3435,10 \text{ cm}^{-1}$  (Richrad dan Didik, 2014), serta gugus karbonil (C=O) *strong* dari senyawa 4-formilpiridina pada bilangan gelombang  $1740\text{-}1685 \text{ cm}^{-1}$  (NIST, 2018) yang membentuk ikatan imina (C=N) pada bilangan gelombang  $1689\text{-}1471 \text{ cm}^{-1}$  (Khopkar, 2003). Seperti halnya Abdurrafi (2019), yang telah berhasil mensintesis basa Schiff dari vanilin dan anilina menggunakan katalis asam belimbing wuluh. Terlihat jelas dari terbentuknya spektra serapan gugus imina (C=N) pada bilangan gelombang  $1584,909\text{-}1585,974 \text{ cm}^{-1}$  serta hilangnya serapan gugus karbonil dan amina primer. Spektra hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan anilina menggunakan variasi katalis asam belimbing wuluh ditampilkan pada Gambar 2.5 (Abdurrafi, 2019).





Gambar 2.5 Spektra hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan anilina menggunakan variasi katalis asam belimbing wuluh.

#### 2.4.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM

Kromatografi gas dan spektrometri massa merupakan gabungan dari dua instrumen yang berbeda. Instrumen ini memiliki fungsi masing-masing, dan biasanya digunakan untuk karakterisasi senyawa hasil sintesis. Kromatografi gas berfungsi untuk memisahkan setiap komponen senyawa yang akan dianalisis, karena prinsip dari kromatografi gas adalah pemisahan komponen suatu senyawa berdasarkan titik didih dan interaksi komponen dengan fasa diam (Leba, 2017).

Hasil dari kromatografi gas berupa waktu retensi ( $R_t$ ) atau waktu yang dibutuhkan suatu komponen keluar dari fasa diam (kolom), dan luas area dari senyawa yang dianalisis. Menurut Khopkar (2003) suatu zat yang masuk ke dalam kolom, akan menyetimbangkan dirinya kepada fasa diam dan fasa gerak sesuai dengan koefisien distribusinya, sehingga waktu retensi setiap komponen berbeda-beda. Kromatografi gas merupakan instrumen analisis secara kualitatif dan kuantitatif. Secara kualitatif dapat dilihat dari senyawa yang terdapat dalam sampel

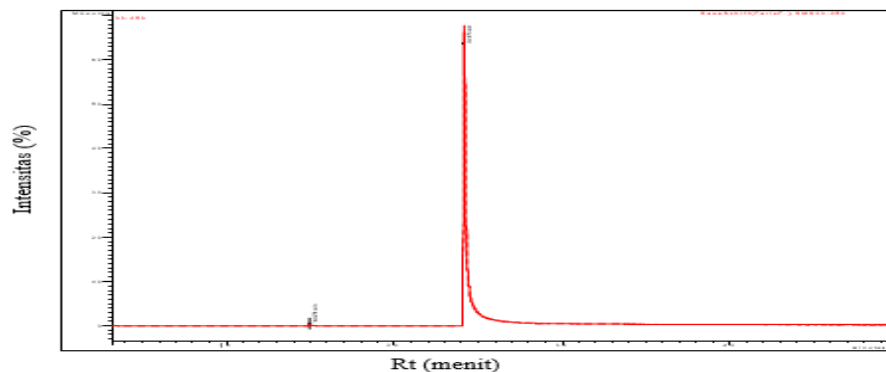
dan kuantitatif dapat dilihat dari hasil perhitungan kadar senyawa dalam sampel. Untuk menghitung kadar didasarkan pada luas puncak kromatogram (Day dan Underwood, 1999). Rumus perhitungan kadar ditunjukkan pada Persamaan 2.2.

$$\text{persen (\%) komponen} = \frac{\text{luas area senyawa}}{\text{Luas area total}} \times 100\% \dots\dots\dots 2.2$$

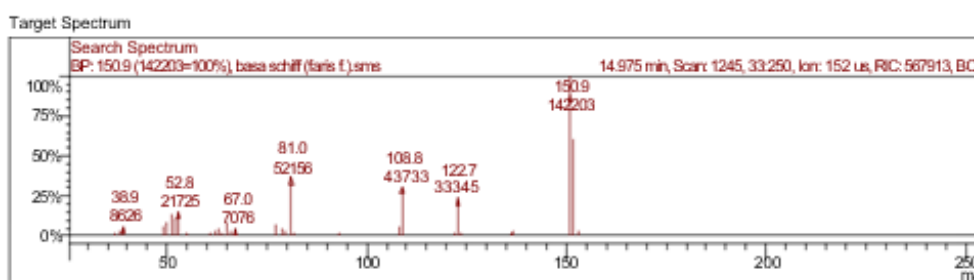
Spektrometri massa, berfungsi untuk mengetahui pola fragmentasi serta mengetahui massa relatif senyawa hasil pemisahan kromatografi gas berdasarkan ion molekular. Massa dari fragmen-fragmen tersebut dapat diketahui dari spektra yang menunjukkan grafik perbandingan massa fragmen dengan kelimpahan relatif ( $m/z$ ) fragmen-fragmen berdasarkan kestabilannya (Day dan Underwood, 1999). Kestabilan fragmen ini berdasarkan oleh kemampuannya untuk beresonansi, semakin stabil maka kelimpahannya semakin tinggi (Supratman, 2010).

Karakterisasi basa Schiff menggunakan KG-SM telah dilakukan, seperti Abdurrafi (2019) telah membuktikan keberhasilan sintesis basa Schiff dari vanilin dan anilina melalui kromatogram pada (Gambar 2.6) dimana produk sintesis terdapat 2 puncak senyawa. Puncak 1 pada waktu retensi 14,971 menit dengan luas area 0,28%, dan puncak 2 dengan waktu retensi 24,174 dan luas area 99,72%. Selanjutnya hasil spektra massa puncak 1 (Gambar 2.7) mempunyai ion molekular dengan  $m/z$  152 g/mol yang nilainya sama dengan senyawa vanilin, sehingga diduga puncak 1 merupakan senyawa vanilin, sisa bereaksi dengan anilina. Kemudian puncak 2 (Gambar 2.8) memberikan nilai ion molekular dengan  $m/z$  227 g/mol yang sama dengan berat molekul senyawa target basa Schiff 2-metoksi-4-

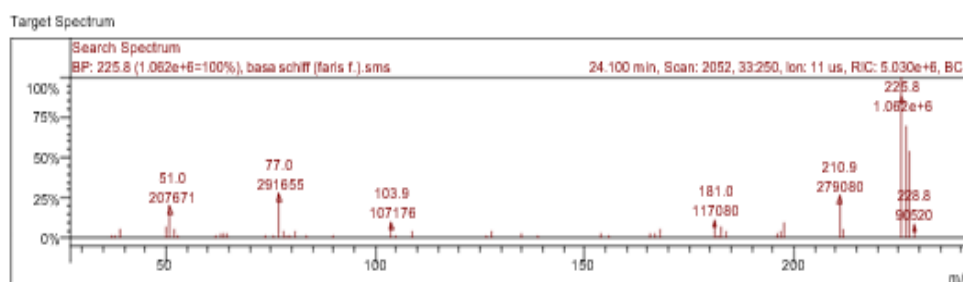
((fenilimino)metal) fenol yakni 227 g/mol sehingga diduga puncak 2 adalah produk.



Gambar 2.6 Kromatogram produk sintesis senyawa basa Schiff (Abdurrafi, 2019).



Gambar 2.7 Spektrum massa puncak 1 (Abdurrafi, 2019).



Gambar 2.8 Spektrum massa puncak 2 (Abdurrafi, 2019).

### 2.4.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi NMR

NMR merupakan suatu metode analisis struktur molekul dari hasil alam, pemurnian maupun sintesis yang menggunakan medan magnet dari perputaran inti

muatan. Hasil dari spektroskopi NMR adalah gambaran mengenai jenis atom, jumlah dan lingkungan atom hidrogen ( $^1\text{H}$ -NMR), maupun karbon ( $^{13}\text{C}$ -NMR) (Hart, 2003). Prinsip dasar spektroskopi NMR adalah penyerapan gelombang radio oleh inti yang berputar pada medan magnet yang kuat (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Setiap inti dilindungi oleh elektron-elektron yang mengelilingi, dimana efek perlindungan elektron menghasilkan medan magnet (McMurry, dkk., 2008). Medan magnet tersebut memiliki kekuatan yang berbeda. Hal tersebut menyebabkan setiap jenis inti dalam molekul akan memiliki frekuensi yang berbeda. Perbedaan ini disebut pergeseran kimia dengan simbol  $\delta$  dinyatakan dari gelombang radio yang digunakan (Settle, 1997). Pergeseran kimia ini dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu elektronegatifitas, hibridisasi, ikatan hidrogen dan pelarut (Silverstein, dkk., 2005). Karakterisasi basa Schiff dengan  $^1\text{H}$ -NMR telah digunakan seperti Sobola, dkk. (2014) yang mensintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan anilina tersubstitusi, kemudian dikarakterisasi menggunakan  $^1\text{H}$ -NMR memakai pelarut  $\text{CDCl}_3$ . Selanjutnya didapat pergeseran pada gugus imina ( $\text{HC}=\text{N}$ ) dengan nilai pergeseran proton 8,44-8,68 ppm, berbentuk singlet.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2020 sampai Februari 2021 di Laboratorium Kimia Organik, Program Studi Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi hasil penelitian menggunakan FTIR dilakukan di Universitas Brawijaya Malang dan KG-SM dilakukan di Universitas Gajah Mada Yogyakarta, sedangkan karakterisasi  $^1\text{H}$ -NMR dilakukan di Institut Teknologi Bandung.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas *beaker* 100 mL, erlenmeyer 100 mL, pipet volume 10 mL, pipet tetes, *magnetic stirrer*, bola hisap, cawan penguap, kertas saring, spatula, neraca analitik, corong gelas, corong *buchner*, pompa vakum, desikator, oven, termometer 100 °C, pipa kapiler, *melting point apparatus* (MPA) STUART tipe SMP 11, mikropipet ukuran 200  $\mu\text{L}$ , seperangkat alat FTIR, KG-SM dan  $^1\text{H}$ -NMR.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya 4-formilpiridina *p.a*, anilina *p.a*, akuades, kloroform *p.a*,  $\text{CDCl}_3$  dan kristal KBr.

### 3.3 Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian ini dimulai dengan sintesis senyawa basa Schiff dari 4-formilpiridina dan anilina menggunakan metode *stirrer* pelarut air. Produk hasil sintesis tersebut kemudian diidentifikasi secara fisik serta diuji dengan MPA untuk melihat titik lelehnya. Kemudian tahap selanjutnya adalah karakterisasi produk sintesis menggunakan instrumen FTIR, KG-SM dan  $^1\text{H-NMR}$ . Analisis hasil produk sintesis dilakukan secara kualitatif melalui identifikasi dan karakterisasi.

### 3.4 Tahapan Penelitian

- a. Sintesis senyawa basa Schiff dari 4-formilpiridina dan anilina (mol 1:1) dengan variasi waktu pengadukan menggunakan pelarut air.
- b. Uji titik leleh produk hasil sintesis menggunakan MPA.
- b. Karakterisasi produk hasil sintesis menggunakan Spektroskopi FTIR.
- c. Karakterisasi produk hasil sintesis menggunakan KG-SM.
- d. Karakterisasi produk hasil sintesis menggunakan  $^1\text{H-NMR}$ .
- e. Analisis data.
- f. Analisis dalam perspektif Islam.

### 3.5 Cara Kerja.

#### 3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari 4-Formilpiridina dan Anilina (1:1) dengan Variasi Waktu Pengadukan Pelarut Air

4-formilpiridina sebanyak 7,5 mmol (0,728 mL), anilina 7,5 mmol (0,690 mL) dan 10 mL akuades dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL. Selanjutnya dimasukkan magnetik *stirrer*, kemudian *stirrer* menggunakan kecepatan 450 rpm dengan variasi waktu 10, 15, 25, 35 dan 45 menit pada suhu ruang. Filtrat dan

endapan yang terbentuk dipisahkan menggunakan kertas saring. Padatan kemudian dikeringkan dengan desikator lalu ditimbang hingga beratnya konstan (Zarei dan Jarrahpour, 2011; Rao, dkk., 2010).

### 3.5.2 Uji Titik Leleh Produk Sintesis dengan MPA

Produk hasil sintesis dimasukkan dalam pipa kapiler dengan jumlah yang sama, kemudian pipa kapiler dan termometer dimasukkan ke dalam alat *melting point apparatus*. Alat MPA kemudian dinyalakan dan diatur kenaikan suhunya sampai 20 °C per menit. Apabila sudah mendekati 60% dari suhu senyawa yang diamati diturunkan suhunya menjadi 10 °C per menit. Jika suhu teramati sudah mendekati -15 °C dari senyawa yang diperkirakan, maka diatur kembali kenaikan suhunya menjadi 1 °C per menit kemudian diamati. Penentuan titik leleh produk hasil sintesis dibuat dalam sistem *range* dimana titik bawah terukur sejak sampel meleleh dan titik atas terukur saat sampel meleleh sempurna.

### 3.5.3 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis dengan Spektroskopi FTIR

Identifikasi gugus fungsi senyawa dari produk sintesis dilakukan dengan spektroskopi FTIR SHIMADZU. Produk sintesis tersebut, dicampur dengan kristal KBr dengan perbandingan, produk hasil dan KBr (2:98). Kemudian campuran tersebut digerus memakai *mortar agate* lalu dipress hingga terbentuk plat. Selanjutnya dimasukan ke dalam *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm<sup>-1</sup>.

#### 3.5.4 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis dengan KG-SM

Sebanyak 1  $\mu\text{L}$  senyawa basa Schiff produk sintesis yang telah dilarutkan dalam kloroform dengan konsentrasi 30000 ppm. Kemudian diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* ke dalam tempat KG-SM QP-2010S/Shimadzu.

#### 3.5.5 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis dengan $^1\text{H-NMR}$

Spektra  $^1\text{H-NMR}$  dapat diketahui menggunakan NMR Agilent DD2 yang beroperasi pada 500 MHz untuk  $^1\text{H-NMR}$  dengan menggunakan pelarut  $\text{CDCl}_3$ . Tetra Metil Silan (TMS) digunakan untuk internal standar sebagai pembanding nilai pergeseran kimia. Senyawa hasil sintesis mula-mula dilarutkan dengan  $\text{CDCl}_3$ , selanjutnya dimasukkan dalam tabung NMR sampai kedalaman 4,5 cm, kemudian dioperasikan alat hingga muncul sinyal  $^1\text{H-NMR}$  hingga muncul spektrum antara pergeseran kimia  $\delta$  ppm dengan intensitas.

#### 3.5.6 Analisis Data

Analisis data dalam penelitian ini mulanya dengan melihat sifat fisik dari hasil sintesis dari sintesis basa Schiff menggunakan metode *stirrer* pelarut air pada waktu 10, 15, 25, 35 dan 45 menit. Selanjutnya karakterisasi menggunakan FTIR, menghasilkan serapan khas senyawa basa Schiff  $\text{C}=\text{N}$  yang kuat dan tajam direntang  $1600\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ . Setelah tahap tersebut, dilanjutkan dengan karakterisasi KG-SM memperkirakan senyawa yang ada dalam produk sintesis berdasarkan pola fragmentasi dan berat molekul dari ion molekular pada spektra dari spektrometri massa. Ion molekular memiliki berat  $m/z$  182 secara teoritis. Tahap karakterisasi



selanjutnya menggunakan NMR dengan memakai  $^1\text{H-NMR}$  menghasilkan pergeseran kimia ( $\delta$ )  $^1\text{H-NMR}$  sebesar  $\pm 8,67$  ppm.

### **3.5.7 Analisis dalam Perspektif Islam**

Analisis penelitian dalam perspektif Islam berisi tentang bagaimana proses untuk memecahkan penelitian tersebut. Agar penelitian bermanfaat baik dalam hal ilmiah maupun nilai keislaman maka hasil penelitian dilakukan analisis dan diintegrasikan dengan Islam melalui al-Qur'an dan Hadis

## BAB IV

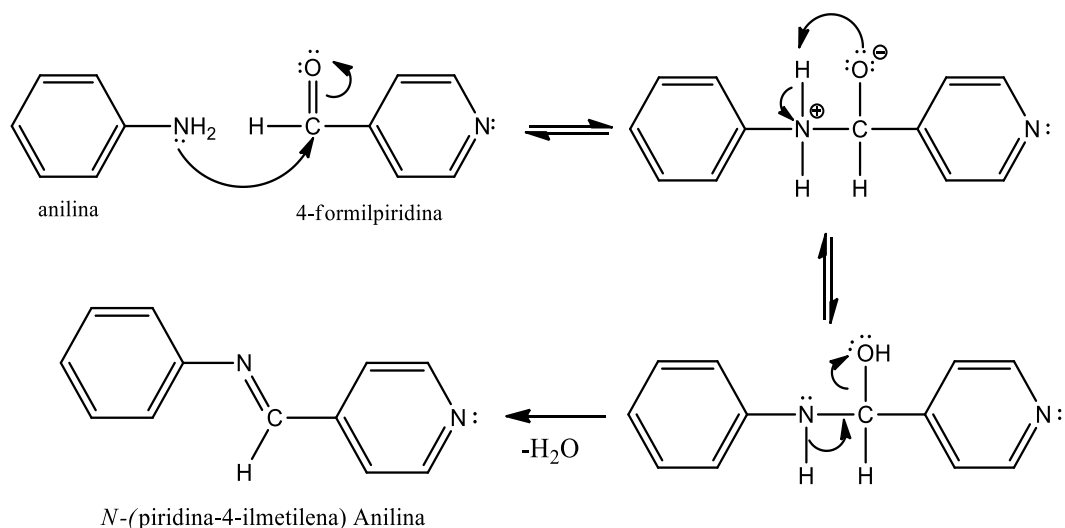
### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari 4-Formilpiridina dan Anilina dengan Variasi Waktu Pengadukan Pelarut Air

Sintesis senyawa basa Schiff N-(piridina-4-ilmetilena) anilina memakai beberapa prinsip *green synthesis* yang diutarakan oleh Karagolge dan Gur (2016), diantaranya rancangan sintesis kimia yang tidak berbahaya dengan memakai efisiensi energi saat sintesis berupa pengadukan pada suhu ruang, kemudian penggunaan pelarut tidak berbahaya berupa air, serta pencegahan limbah berbahaya dikarenakan hasil produk samping berupa air. Pada sintesis ini, pengadukan menimbulkan energi kinetik yang dapat meningkatkan aktivitas molekul dan mengoptimalkan reaksi, sehingga tumbukan antar molekul dengan reaktan akan lebih baik dan dapat terbentuk produk. Penggunaan media air bertujuan untuk mempermudah dalam proses pengadukan dan pengamatan saat sintesis.

Reaksi pembentukan basa Schiff melibatkan reaksi adisi eliminasi. Atom O dalam gugus karbonil ( $C=O$ ) pada reaktan 4-formilpiridina memiliki kemampuan menarik elektron, sehingga kerapatan elektron menuju kearah atom O menjadikan atom C bermuatan parsial positif yang berperan sebagai elektrofil. Hal tersebut menyebabkan atom C mudah diserang oleh nukleofil berupa amina primer ( $-NH_2$ ) yang terdapat pada reaktan anilina. Hal ini dikarenakan penyebaran elektron pada anilina mengarah kearah atom N, sehingga menyebabkan atom N bermuatan parsial negatif (Hart, dkk., 2003). Nuklofil pada amina primer akan mengadisi gugus karbonil menghasilkan ikatan  $-C=N-$  atau lebih umum disebut gugus imina, serta hasil eliminasi produk samping berupa air (Singh, dkk., 2008). Adapun dugaan

mekanisme reaksi basa Schiff dari anilina dan 4-formilpiridina ditampilkan pada Gambar 4.1. Kemudian produk yang terbentuk dikeringkan menggunakan desikator hingga massa produk konstan. Pengeringan bertujuan mengikat molekul air yang terbentuk saat proses sintesis.



Gambar 4.1 Dugaan mekanisme reaksi basa Schiff dari anilina dan 4-formilpiridina.

Berdasarkan hasil pengamatan fisik, dapat diketahui adanya perbedaan bentuk, warna dan titik leleh pada produk dengan reaktan. Hal ini mengindikasikan bahwa terdapat produk baru yaitu senyawa basa Schiff N-(piridina-4-ilmetilena) anilina dari hasil sintesis 4-formilpiridina dengan anilina menggunakan metode pengadukan. Namun, untuk memperkuat indikasi tersebut perlu adanya karakterisasi lanjutan. Hasil pengamatan fisik dari reaktan dan kelima produk ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik reaktan dan kelima produk hasil sintesis.

Pengamatan	Wujud	Warna	Massa (gram)	Titik Leleh (°C)
P <sub>10</sub>	Padatan	Putih Kekuningan	1,2494	69-70
P <sub>15</sub>	Padatan	Putih Kekuningan	1,2648	69-70
P <sub>25</sub>	Padatan	Putih Kekuningan	1,2809	69-70
P <sub>35</sub>	Padatan	Putih Kekuningan	1,2874	69-70
P <sub>45</sub>	Padatan	Putih Kekuningan	1,3631	69-70
4-Formilpiridina	Cair	Kuning	0,8	-4
Anilina	Cair	Merah Kecoklatan	0,7	-6

Keterangan:

P<sub>10</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 10 menit

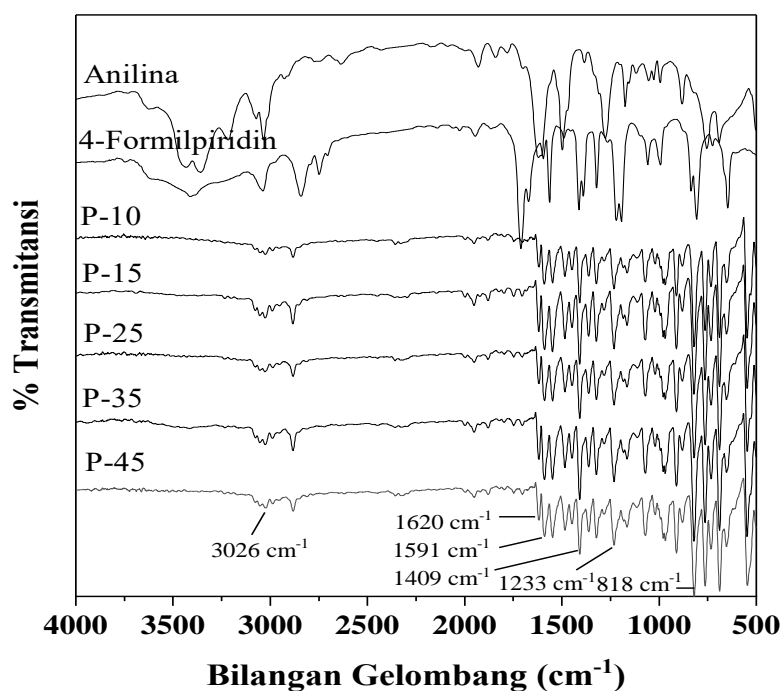
P<sub>15</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 15 menit

P<sub>25</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 25 menit

P<sub>35</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 35 menit

P<sub>45</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 45 menit

#### 4.2 Karakteriasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR



Gambar 4.2 Spektra IR dari reaktan dan kelima produk hasil sintesis.

Hasil spektra IR (Gambar 4.2) pada kelima produk memperlihatkan adanya serapan gugus imina (C=N) pada serapan bilangan gelombang 1618-1620  $\text{cm}^{-1}$  dengan karakteristik serapan puncak tajam dan kuat. Bilangan gelombang tersebut sesuai dengan literatur menurut Bendale, dkk. (2011) dan Socrates, G. (2001) dimana puncak gugus imina muncul pada bilangan gelombang 1616  $\text{cm}^{-1}$  dan muncul pada rentang bilangan gelombang 1645-1605  $\text{cm}^{-1}$ . Berikut bilangan gelombang hasil identifikasi spektra IR kelima basa Schiff ditampilkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Gugus fungsi hasil identifikasi spektra IR produk

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )					Literatur
	P <sub>10</sub>	P <sub>15</sub>	P <sub>25</sub>	P <sub>35</sub>	P <sub>45</sub>	
$\text{C}_{sp^2}\text{H}$ <i>stretching</i> aromatik	3026,42	3027,85	3027,85	3027,85	3024,99	3100-3000 <sup>(a)</sup>
-C=N <i>stretching</i>	1618,15	1620,75	1618,75	1618,75	1618,75	1616 <sup>(b)</sup> 1645-1605 <sup>(a)</sup>
C=C aromatik	1591,65	1590,23	1590,23	1590,23	1590,23	1615-1575 <sup>(a)</sup>
-C=N piridina	1409,11	1409,11	1409,11	1409,11	1409,11	1520-1405 <sup>(a)</sup>
C-N <i>Stretching</i>	1232,25	1232,25	1232,25	1232,25	1232,25	1350-1200 <sup>(c)</sup>
$\text{C}_{sp^2}\text{H}$ <i>bending</i> aromatik	821,50	821,50	821,50	821,50	821,50	860-760 <sup>(a)</sup>

Keterangan:

P<sub>10</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 10 menit

P<sub>15</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 15 menit

P<sub>25</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 25 menit

P<sub>35</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 35 menit

P<sub>45</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 45 menit

(a) Socrates, 2001; (b) Bendale, 2011; (c) Pavia, D., dkk, 2009.

Berdasarkan Tabel 4.2 diketahui kelima produk memiliki beberapa gugus fungsi lain seperti  $\text{C}_{sp^2}\text{H}$  *stretching* dengan bentuk serapan lemah dan *bending*

berbentuk serapan kuat dan tajam, timbul pada bilangan gelombang  $3026,2\text{ cm}^{-1}$  dan  $821,50\text{ cm}^{-1}$ . Kemudian gugus C=C aromatik dengan serapan tajam yang timbul pada bilangan gelombang  $1590,23\text{ cm}^{-1}$ . Serta muncul serapan kuat dan tajam pada bilangan gelombang  $1232,25\text{ cm}^{-1}$  yang diduga gugus C-N *stretching*. Pada produk N-(piridina-4-ilmetilena) anilina terdapat dua gugus imina, salah satunya berada di cincin piridina, puncak tersebut berbentuk tajam, timbul pada bilangan gelombang  $1409,11\text{ cm}^{-1}$ .

Indikasi bahwa telah terbentuk senyawa baru juga diperkuat melalui hilangnya vibrasi gugus amina N-H dari anilina yang berada pada bilangan gelombang  $3405\text{ cm}^{-1}$  serta vibrasi dengan puncak tajam kuat dari C=O dari 4-formilpiridina pada bilangan gelombang  $1712\text{ cm}^{-1}$  pada kelima senyawa produk. Selanjutnya muncul vibrasi dengan puncak tajam pada bilangan gelombang  $1618\text{ cm}^{-1}$  dari spektra produk. Vibrasi tersebut diindikasikan sebagai gugus imina pada senyawa basa Schiff yang terbentuk dari reaksi amina primer berikatan dengan senyawa karbonil.

#### 4.3 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan KG-SM

Karakterisasi menggunakan KG-SM berguna untuk melihat kemurnian, berat molekul serta dugaan struktur kimia dari senyawa baru hasil kromatogram dan spektra. Hasil karakterisasi KG-SM pada kelima produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.3. Serta hasil kromatogram kelima senyawa target disajikan pada Gambar 4.4.

Tabel 4.3 Hasil karakterisasi KG-SM.

Senyawa	Hasil karakterisasi		
	Waktu retensi (menit)	Area (%)	Ion molekular ( $m/z$ )
P <sub>10</sub>	29,784	100,00	182
P <sub>15</sub>	30,120	100,00	182
P <sub>25</sub>	30,105	100,00	182
P <sub>35</sub>	30,148	100,00	182
P <sub>45</sub>	30,157	100,00	182

Keterangan:

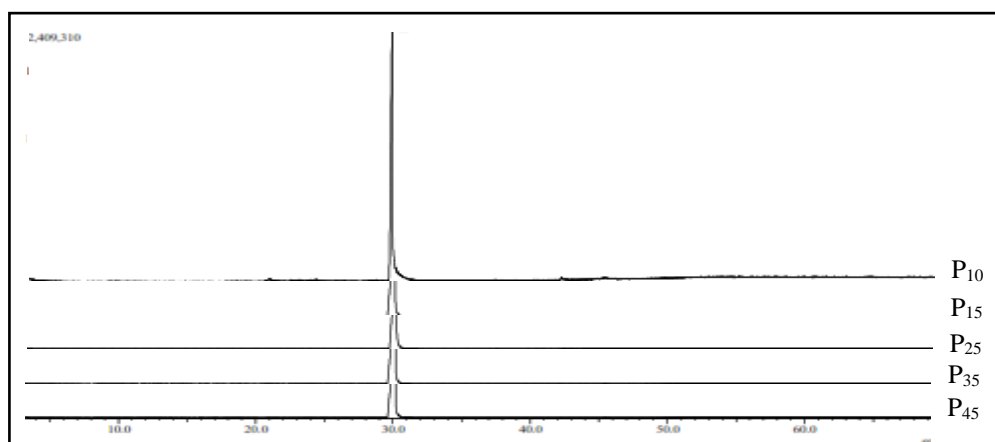
P<sub>10</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 10 menit

P<sub>15</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 15 menit

P<sub>25</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 25 menit

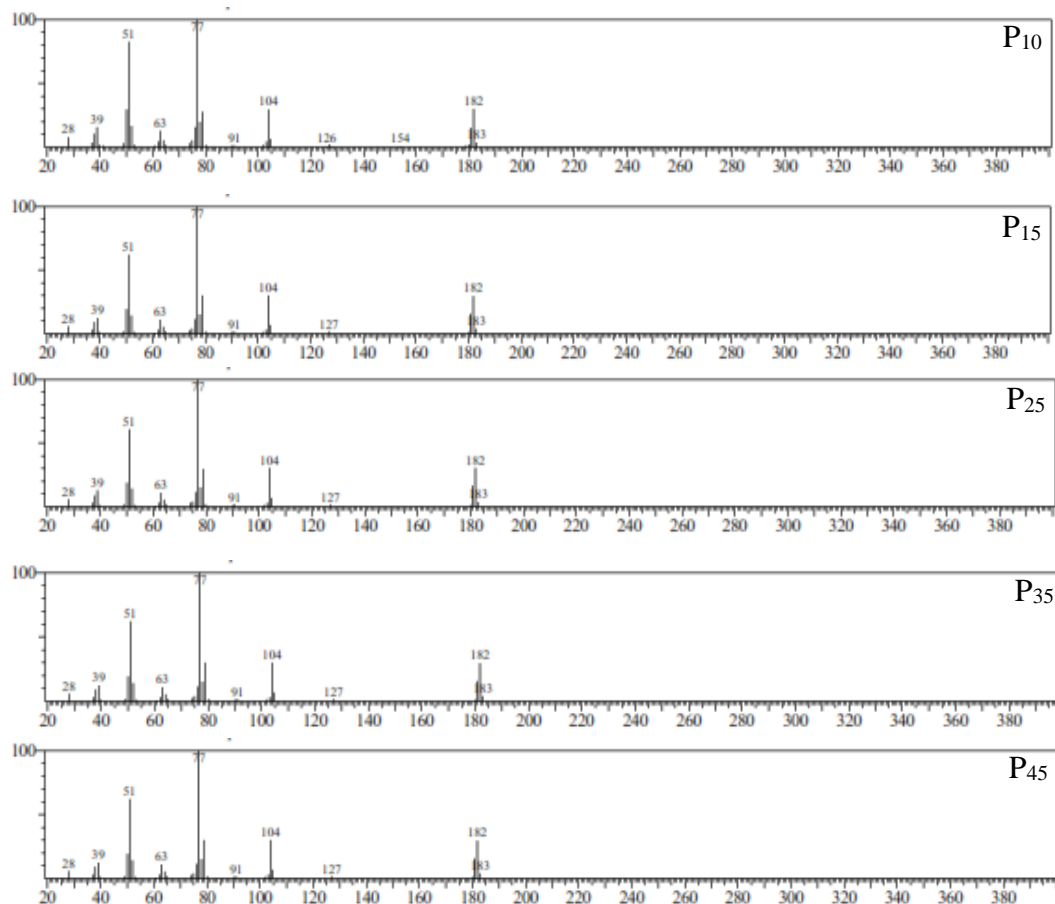
P<sub>35</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 35 menit

P<sub>45</sub> = Produk sintesis variasi waktu pengadukan 45 menit



Gambar 4.3 Hasil kromatogram kelima senyawa produk.

Berdasarkan hasil kromatogram pada Gambar 4.3 menunjukkan bahwa terdapat satu puncak yang timbul pada kelima senyawa basa Schiff dengan luas area 100%. Hal tersebut mengindikasikan bahwa hanya terdapat satu senyawa dalam produk hasil basa Schiff yang diindikasikan senyawa N-(piridina-4-ilmetilena) anilina. Pada Tabel 4.3 dapat diketahui rata-rata waktu retensi kelima senyawa produk adalah 30,014 menit. Setelah tahap kromatografi gas, dilanjutkan dengan analisis menggunakan spektrometri massa berikut ditampilkan hasil spektra pada Gambar 4.4.

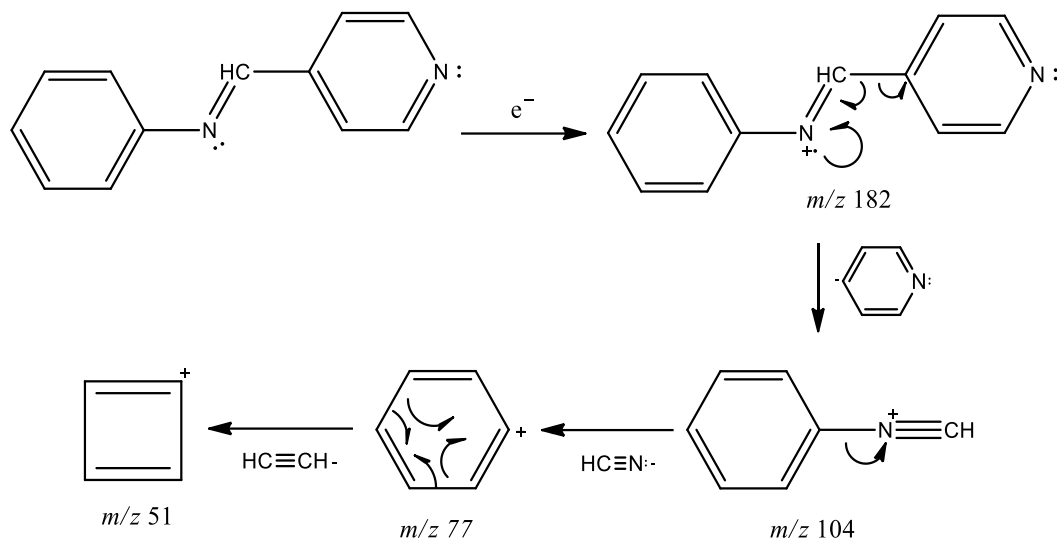


Gambar 4.4 Spektra massa P<sub>10</sub>, P<sub>15</sub>, P<sub>25</sub>, P<sub>35</sub>, P<sub>45</sub>.

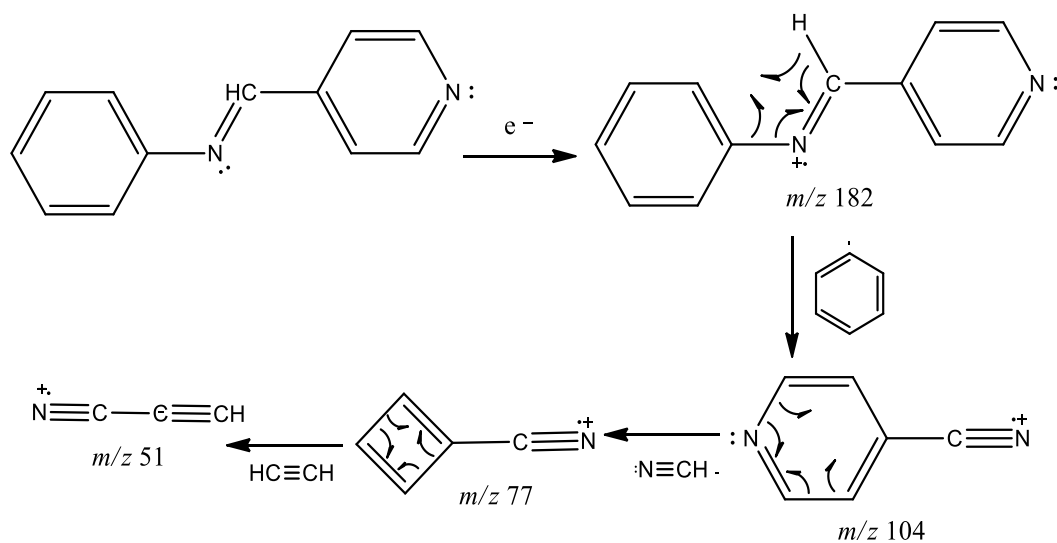
Hasil spektra pada Gambar 4.4 menunjukkan bahwa nilai ion molekular ( $m/z$ ) berharga 182 pada kelima produk tersebut, hal ini sesuai dengan berat molekul senyawa N-(piridina-4-ilmetilena) anilina secara teoritis. Pada spektra di atas diketahui *base peak* dari setiap spektra adalah  $m/z$  77 yang memiliki kelimpahan 100 hal ini diduga karena adanya karbokation sekunder yang terkonjugasi dengan ikatan rangkap sehingga dapat beresonansi yang menyebabkan kestabilan tinggi. Pada spektra di atas diduga *base peak* berbentuk cincin aromatik seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5, hal tersebut kemungkinan terjadi dikarenakan karbokation pada cincin aromatik memiliki jalur resonansi yang lebih panjang daripada pada Gambar 4.6. Selain beberapa *peak* di atas terdapat *peak* lain yang memiliki kelimpahan cukup banyak 182, 104 dan 51. Berikut disajikan prediksi



pola fragmentasi senyawa hasil sintesis pada Gambar 4.5. dan prediksi pola fragmentasi lain pada Gambar 4.6.



Gambar 4.5 Prediksi pola fragmentasi dari senyawa hasil sintesis.

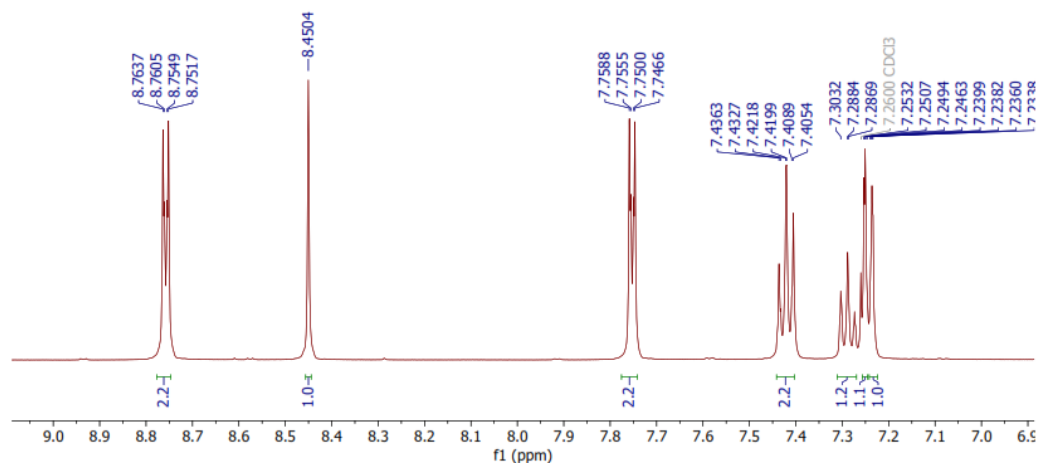


Gambar 4.6 Prediksi pola fragmentasi lain.

#### 4.4 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan $^1\text{H}$ -NMR

Hasil spektrum karakterisasi senyawa basa Schiff  $N$ -(piridina-4-ilmetilena) anilina dengan waktu pengadukan 45 menit menggunakan  $^1\text{H}$ -NMR menampilkan lima puncak, serta enam lingkungan proton. Karakterisasi ini

beroperasi pada 500 MHz dengan memakai pelarut  $\text{CDCl}_3$ . Spektra hasil karakterisasi dan interpretasi spektum ditunjukkan pada Gambar 4.7 dan Tabel 4.4.



Gambar 4.7 Spektrum  $^1\text{H}$ -NMR dengan waktu pengadukan 45 menit.

Tabel 4.4 Interpretasi spektrum  $^1\text{H}$ -NMR produk basa Schiff

Posisi H	$\delta$ (ppm)	Jumlah Proton	Bentuk Sinyal	Struktur Senyawa
1	7,23-7,25	2H	<i>Doublet</i>	
2	7,28	1H	<i>Triplet</i>	
3	7,41-7,42	2H	<i>Triplet</i>	
4	7,74-7,75	2H	<i>Doublet</i>	
5	8,45	1H	<i>Singlet</i>	
6	8,75-8,76	2H	<i>Doublet</i>	

Spektrum  $^1\text{H}$ -NMR (Gambar 4.7) memberikan beberapa informasi sinyal proton. Sinyal proton cincin aromatik muncul ( $\delta$  7,2-7,4) pada pergeseran 7,23-7,25 ppm (2H, *d*); 7,28 ppm (1H, *t*); dan 7,41-7,42 ppm (2H, *t*). Selanjutnya terdapat sinyal proton pada cincin piridina 7,74-7,75 ppm (2H, *d*); kemudian 8,75-8,76 ppm (2H, *d*) dan ada satu sinyal proton yang mengindikasikan proton imina ( $-\text{N}=\text{CH}-$ )

pada pergeseran kimia 8,45 ppm (1H, s). Hal ini sesuai dengan Syamsudin, dkk. (2018) dimana pergeseran kimia untuk gugus imina sekitar  $\delta = 8,4$  ppm dengan bentuk *singlet*, kemudian untuk cincin aromatik sekitar  $\delta = 6,9-7,7$  ppm. Serta pada Kristiana (2011), pergeseran kimia pada cincin aromatik dengan nilai 7,42 ppm. Terakhir pada pergeseran kimia 8,75-8,76 dengan jumlah proton 2H dan bentuk sinyal *doublet*. Terdapat beberapa sinyal pada aromatik yang *overlapping* hal tersebut dikarenakan adanya efek *coupling* dari proton tetangga, efek tersebut terjadi dikarenakan proton-proton ekuivalen. Pergeseran kimia dari gugus imina dan aromatik pada piridina berarah ke *deshielding* atau pergeseran kimia yang lebih besar dikarenakan adanya pengaruh cincin aromatik dan atom elektronegatif seperti nitrogen (N) yang menyebabkan kerapatan elektron berkurang, sehingga mudah dipengaruhi oleh medan magnet internal. Sedangkan yang lain lebih terlindungi dikarenakan jauh dari atom elektronegatif atau nitrogen, menyebabkan pergeseran kimianya lebih terlindungi (*shielding*).

Berdasarkan hasil pengamatan sifat fisik, berupa wujud, warna, titik leleh, serta hasil analisis menggunakan FTIR, KG-SM dan <sup>1</sup>H-NMR. Senyawa basa Schiff N-(piridina-4-ilmetilena) anilina diindikasikan telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode pengadukan dalam media air. hal tersebut terlihat dari perbedaan sifat fisik, kemudian munculnya vibrasi gugus imina dalam spektra FTIR, kesesuaian nilai *m/z* pada spektra SM dengan berat molekul teoritis senyawa target dan *peak* berbentuk *singlet* dengan pergeseran kimia 8,4 ppm pada spektrum <sup>1</sup>H-NMR. Kemudian waktu optimum dalam sintesis Senyawa basa Schiff N-(piridina-4-ilmetilena) anilina adalah 10 menit, hal ini dikarenakan dalam waktu yang lebih pendek produk sudah terbentuk dengan kemurnian 100%.

#### 4.5 Integrasi Penelitian Dalam Perspektif Islam

وَهُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ الْأَرْضِ وَرَفَعَ بَعْضَكُمْ فَوْقَ بَعْضٍ دَرَجَاتٍ لِّيَبْلُوكُمْ فِي مَا آتَاكُمْ إِنَّ رَبَّكَ سَرِيعُ الْعِقَابِ وَإِنَّهُ لَغَفُورٌ رَّحِيمٌ

*Artinya: Dan Dialah yang menjadikan kamu sebagai khalifah-khalifah di bumi dan dia mengangkat (Derajat) sebagian kamu di atas yang lain, untuk mengujimu atas (karunia) yang diberikan-Nya kepadamu. Sesungguhnya tuhan cepat memberi hukuman dan sungguh Dia maha pengampun, maha penyayang. (QS. al-An'am: 165).*

Ayat di atas menerangkan bahwa Allah telah menciptakan tempat yang baik bagi manusia, sebagai tugas kekhalifahan dan memerintahkan kepada manusia untuk memakmurkannya, sehingga manusia harus menjaga dan melestarikan bumi serta lingkungannya karena menjadi bagian dari tugas manusia sebagai khalifah. Manusia sebagai makhluk ciptaan Allah SWT yang dianugrahi akal untuk berfikir, seharusnya dapat mengatur bagaimana berhubungan dengan Sang Pencipta dan berhubungan dengan alam semesta, sehingga Allah SWT menunjuk manusia sebagai khalifah dimuka bumi yang harus bertanggung jawab terhadap keberlanjutan ekosistem (Watsiqotul, dkk., 2018).

Amanah yang diberikan Allah SWT untuk manusia sebagai khalifah untuk bertanggung jawab menjaga dirinya, sesama manusia (kehidupan sosial) dan alam yang menjadi sumber penghidupan (mengelola sebaik-baiknya lingkungan hidup) (Watsiqotul, dkk., 2018). Pengelolaan untuk keberlangsungan dan kelestarian alam memiliki banyak cara seperti perlakuan pada penelitian ini. Proses sintesis menggunakan metode *green chemistry*, dimana menggunakan media air sebagai

pengganti pelarut organik, untuk mempermudah proses sintesis serta mengurangi limbah berbahaya bertujuan untuk menjaga lingkungan hidup serta ekosistem sekitar.

عن ابي هريرة رضي الله عنه أن النبي صلى الله عليه وسلم قال : اتقوا اللاعنين قالوا : وما اللا عنان ؟ قال : الذي يتخلى في طريق الناس أو في ظلهم . رواه مسلم

*Dari Abu Hurairah Radhiyallahu ‘anhu bahwa Nabi Muhammad Shallallahu ‘alaihi wasallam bersabda: "Jauhilah dua perbuatan yang mendatangkan laknat!" Sahabat-sahabat bertanya, "Apakah dua perbuatan yang mendatangkan laknat itu?" Nabi menjawab, "Orang yang buang air besar di jalan umum atau di tempat berteduh manusia." (HR Muslim)*

Jika manusia melalaikan tugasnya sebagai seorang khalifah dan tidak memakai anugrah yang diberikan atasnya oleh Allah, maka manusia itu telah jatuh dari julukannya sebagai khalifah menjadi seseorang yang zalim, serta laknat karena tidak menjaga dan melestarikan apa yang dititipkan kepada dia atau diamanahkan kepada dia, Oleh karena itu mari kita sebagai manusia sangat penting di muka bumi, untuk menjaga dan memelihara lingkungan, kemudian hal tersebut merupakan bagian dari tauhid, karena Allah SWT adalah Tuhan seluruh alam semesta, sehingga kita sebagai wakil tuhan perlu kesadaran dan tanggungjawab besar untuk menjaga alam serta mengingatkan sesama umat manusia, dan hal tersebut merupakan sedekah atau amalan kita kepada lingkungan sekitar.

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

- a. Waktu pengadukan terbaik dalam sintesis senyawa basa Schiff N-(piridina-4-ilmetilena) anilina adalah 10 menit, dengan massa sebanyak 1,2494 gr.
- b. Hasil karakterisasi produk sintesis senyawa basa Schiff N-(piridina-4-ilmetilena) anilina, menghasilkan padatan berwarna putih kekuningan dan memiliki titik leleh 69-70 °C. Hasil karakterisasi dari senyawa sintesis pada spektra IR memperlihatkan adanya vibrasi bilangan gelombang 1618 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan ada gugus khas imina (-C=N-). Hasil KG-SM dari kelima produk menunjukkan waktu rata-rata retensi 30,014 menit dengan kemurnian produk 100%, serta memiliki ion molekular  $m/z$  182 yang sesuai dengan berat molekul produk sintesis. Selanjutnya dari spektra <sup>1</sup>H-NMR produk sintesis menunjukkan terdapat 6 lingkungan proton, kemudian terdapat serapan berbentuk *singlet* yang memperkuat adanya gugus imina yang mengikat atom H (N=C-H) pada pergeseran kimia 8,45 ppm (1H, s).

#### 5.2 Saran

- a. Perlu dilakukan identifikasi senyawa basa Schiff lebih lengkap, seperti sifat kimia dan karakterisasi menggunakan <sup>13</sup>C-NMR.
- b. Perlu dilakukan uji aktivitas biologi untuk melihat potensi dari senyawa basa Schiff N-(piridina-4-ilmetilena) anilina.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdallah, Hassan H., Yeoh, P. H., Rhyman, L., Alswaidan, A., Fun, H. K., Yunusa, U. dan Ramasami, P. 2016. Internal Rotation of 2-,3- and 4-pyridine Carboxaldehydes and Their Chalcogen Analogues (S and Se) in the Gas and Solution Phases: A Theoretical Investigation. *Jurnal of Solution Chemistry*, 45: 1195-1212.
- Abdurrafi, Faris Faruq. H. 2019. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan Anilina dengan Variasi Jumlah Katalis Asam dari Belimbing Wuluh Menggunakan Metode Penggerusan Sebagai Inhibitor Korosi, *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Adawiyah, Robi'atul. 2017. Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan *p*-Anisidin Menggunakan Metode Penggerusan, *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Anand, P., Patil, V.M., Sharma, V.K., Khosal, R.L., dan Masand, N. 2012. Schiff Bases: A Review on Biological Insight. *International Journal of Drug Design and Discovery*, 3(3): 851-868.
- Ashraf, Muhammad Aqeel., Mahmoud, Karamat., dan Wajid, Abdul. 2011. Synthesis Characterization and Biological Activity of Schiff Bases. *International Proceeding of Chemical, Biological and Environmental Engineering*, 10: 1-7.
- Bendale, A.R., Bhatt, R., Nagar, A., Jadhav, A.G. dan Vidyasagar, G. 2011. Schiff Base Synthesis by Unconventional Route: An Innovative Green Approach. *Der Pharma Chemica*. Vol. 3(2): 36-37.
- Bhandari, Meena., dan Raj, Seema. 2017. Practical Approach to Green Chemistry. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 9: 10-26.
- Brodowska, Katarzyna., dan Lodgja, Elzbieta. 2014. Schiff Bases-Interesting Range of Applications in Various Fields of Science. *CHEMIK*, 68(2): 129-134.
- Cahyana, Herry., dan Pratiwi, Puti. 2015. Sintesis Ramah Lingkungan Senyawa Imin Turunan Vanilin dan 2-Hidroksi Asetofenon Serta Uji Aktivitas Biologi dan Antioksidan. *Pharmaceutical Sciences and Research*, 2(1): 47-58.
- Chitra, S., Parameswari, K., Silvakami, C., dan Selvaraj, A. 2010. Sulpha Schiff Bases As Corrosion Inhibitors For Mild Steel In 1M Sulphuric Acid. *Chemical Engineering Research Bulletin*, 14: 1-6.

- Da Silva, C. M., da Silva, D. L., Modolo, L. V., Alves, R. B., de Resende, M. A., Martins, C. V., & de Fátima, Â. (2011). Schiff bases: A Short Review of Their Antimicrobial Activities. *Journal of Advanced research*, 2(1), 1-8.
- Day, R. A. dan Underwood, A. L. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Fessenden, Ralph J., dan Fessenden, Joan S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: Erlangga
- Hanapi, Ahmad. 2016. *Variasi Waktu Penggerusan Pada Sintesis Senyawa Basa Schiff Turunan Vanilin Tanpa Pelarut*. Malang: Laporan Penelitian Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Hart, Harlod., Craine, Leslie. E., dan Hart, David. J. 2003. *Kimia Organik Suatu Kuliah Singkat*. Jakarta: Erlangga.
- Husna, Ridhatul., Emdemiz dan Imelda. 2013. Studi Toksisitas Floroanilin Berdasarkan Hubungan Kuantitatif Struktur Aktifitas (HKSA) Beberapa Amina Aromatik. *Jurnal Kimia Unand*, 2(4).
- Ilyas, Rahmat. 2016. Manusia sebagai Khalifah dalam Perspektif Islam. *Mawa'izh: Jurnal Dakwah Dan Pengembangan Sosial Kemanusiaan*, 7(1): 169-195.
- Ivankovic, Anita., Dronjic, Ana., Bevanda, Anita Martinovic., dan Talic, Stanislava. 2017. Riview of 12 Principles of Green Chemistry in Practice. *International Journal of Sustainable and Green Energy*, 6(3): 39-48.
- Karagolge, Zafer., dan Bahri, Gur. 2016. Sustainable Chemistry: Green Chemistry. *Journal of The Institute of Science and Technology*, 6(2): 89-96.
- Khopkar, S. M. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Klimesova, Vera., Svoboda, Martin., Waisser, Karel., Pour, Milan., dan Kautova, Jarmila. 1999. New Pyridine Derivatives As Potential Antimicrobial Agents. *Il Farmaco*, 54(10): 666-672.
- Kose, M., Cehyan, G., Tumer, M., Demirtas, I., Gonul, I., dan Mckee, V. 2015. Monodentate Schiff Base Ligan: Their Structural Charecterization Photoluminescence, Anticancer, Electrochemical and Sensor Properties. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 137: 477-485.
- Kristiana, Ita. 2011. Sintesis Senyawa 2-Anilinbenzotriazol Dari Benzotriazol Dengan Anilina Melalui Reaksi Substitusi Nukleofilik, *Skripsi*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.



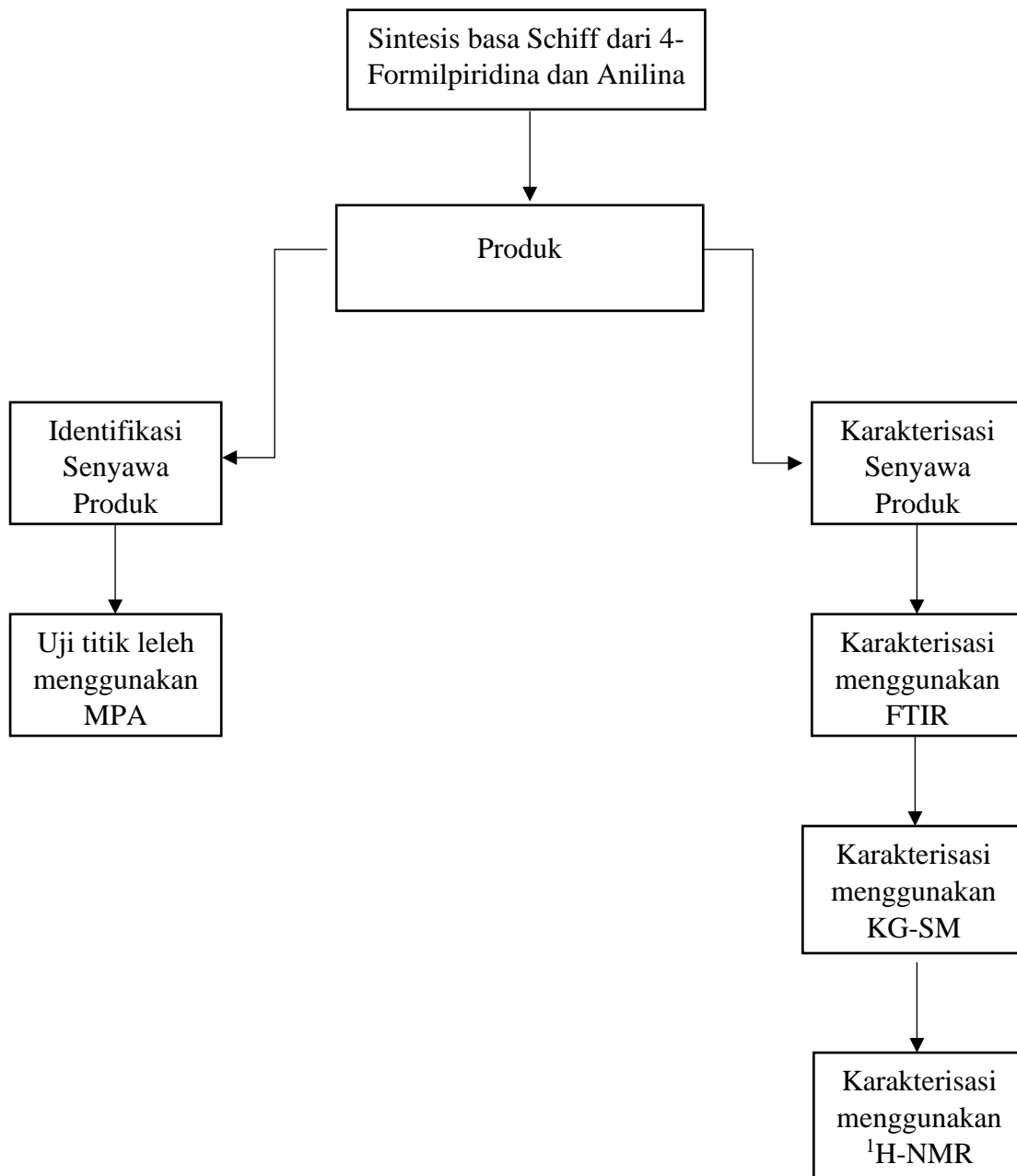
- Leba, Maria Aloisia Uron. 2017. *Buku Ajar: Ekstraksi dan Real Kromatografi*. Yogyakarta: Deepublish.
- Lovely, Sheeja K.L.P., dan Christudhas, M. 2013. Synthesis, Characterization and Biological Activities of Schiff Base Complexes of Cu (II), Ni (II), and Co (II) with 4-pyridine Carboxaldehyde and 3-Aminopyridine. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 5(2), 184-191.
- Malakyan, Margarita., Babayan, Nelly., Grigoryan, Ruzanna., Sarkisyan, Natalya., Tonoyan, Vahan., Tadevosyan, Davit., Matosyan, Vladimir., Aroutionian, Rouben., dan Arakelyan, Arsen. 2016. Synthesis, Characterization and Toxicity Studies of Pyridinecarboxaldehydes and L-tryptophan Derived Schiff Bases and Corresponding Copper (II) Complexes. *F1000 Research*, 5.
- McMurry, John., Begley., Tadhg. P. 2005. *The Organic Chemistry of Biological Pathways*. Roberts and Company Publishers
- Mohana, Kikkeri. N., Chikkur, B., dan Kumar, Pradeep. 2013. Synthesis and Antioxidant Activity of 2-Amino-5-Methylthiazol Derivatives Containing 1,3,4 Oxidiazole-2-thiol Moiety. *International Scholarly Research Notices Organic Chemistry*, 1-8.
- National Institute of Sains and Technology Chemistry Web Book. 2018. Infrared Spectrum 4-Pyridinecarboxaldehyde. <https://www.nist.gov>. Tanggal akses 4 Juni 2020. Pukul 13.00 WIB.
- Naqvi, Arshi., Shahnawaaz, M., Rao, Arikatla. V., Seth, Daya. S., dan Sharma, Nawal. K. 2009. Synthesis of Schiff Bases via Environmentally Benign and Energy Efficient Greener Methodologies. *Journal of Chemistry*, 6 (S1): S75-S78.
- Patil, Suresh., Jadhav, S.B. dan Patil, U.P. 2012. Natural Acid Catalyzed Synthesis of Schiff Base Under Solvent-Free Condition: As a Green Approach. *Archives of Applied Science Research*, 4(2): 21074-1078.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S. 2001. *Introduction to Spectroscopy Third Edition*. United States of America: Thomson Learning.
- Petrucci., Harwood., Herring., dan Madura. 2011. *Kimia Dasar: Prinsip-Prinsip & Aplikasi Modern (edisi kesembilan)*. Jakarta: Erlangga.
- Rao, Koteswara. V., Reddy, Subba. S., Krishna, Satheesh. B., Naidu, Mohan, Reddi. K., Raju, Naga. C., dan Ghosh, S.K. 2010. Synthesis of Schiff's Bases in Aqueous Medium: A Green Alternative Approach With Effective Mass Yield and High Reaction Rates. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 3(3): 217-223.

- Richard, Yudhi., dan Didik, Setyo.Widodo. 2014. Elektropolimerisasi Anilin Secara Potensiostatik Dengan Penambahan Dopan. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 17(1): 12-16.
- Saglam, Adnan., Uzun, Fatih., dan Guclu, Vesile. 2007. Molecular Structures and Vibrational Frequencies 2,3 and 4-Pyridinecarboxaldehydes by Abinitio Hartree Fock and Density Functional Theory Calculations. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 67(2): 465-471.
- Shihab, Umar. 2005. *Kontekstualitas Al-Qur'an: Kajian Tematik Ayat-ayat hukum dalam Al-Qur'an*, Jakarta: Penamadani.
- Shihab, Quraish. 2002. *Tafsir Al-Mishbah*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, Quraish. 2013. *Membumikan Al-Qur'an*. Bandung: Mizan.
- Sembiring, Zipora., Hastiawan, Iwan., Zainuddin, Achmad., dan Bahti, Husein. H. 2013. Sintesis Basa Schiff Karbazona Variasi Gugus Fungsi: Uji Kelarutan dan Analisis Struktur Spektroskopi UV-Vis. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, 483-487.
- Settle, F. A. 1997. *Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry*. New Jersey: Prentice Hall.
- Silverstein, Robert. M., Webster, Francis X., dan Kiemle, David. J. 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. New York: Collage of Environmental Science & Forestry.
- Singh, N.B., Das, S.S., Gupta, P., Gupta, A., dan Frochlich, R. 2008. Vanillin *p*-Anisidine System: Solid-State Reaction and Density Functional Theory Studies. *Taylor and Francis Group*. Vol. 490: 106-123.
- Sirumapea, Lasmaryana., Asmiyanti, dan Khoirunisa, Anis. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Antibakteri Komplek Fe (III) dengan Derivat Schiff Base. *Indonesian Journal of Pharmaceutical Science and Technology*, 2(2) : 49-54.
- Sobola, Abdullahi. Owolabi., Watkins, Gareth. Mostyn., dan Brecht, Bernadus. Van. 2014. Synthesis, Characterization and Antimicrobial Activity of Copper (II) Complexes of Some Ortho-substituted Aniline Schiff Bases; Crystal Structure of Bis (2methoxy-6-imino) Methylphenol Copper (II) Complex. *Research Article*, 67: 45-51.
- Socrates, G. 2001. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies: Tables and Charts*, 3rd ed. New York: Wiley.

- Solihati, Ditya. Putri., Fachriyah, Enny., dan Ismiyarto. 2011. Waktu Optimum Pada Reaksi Verataldehid dan Anilina. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 14(3): 69-71.
- Supratman, Unang. 2010. *Elusidasi Struktur Senyawa Organik*. Bandung: Widya Padjajaran
- Syamsudin, D., Ismiyarto., Ngadiwiyana. 2018. Synthesis and Antibacteria Testing of Imina Derivative Compounds From Piperonal and Aniline. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 21 (1): 44-48.
- Yadav, Garima., dan Mani, Jyoti.V. 2013. Green Synthesis of Schiff Bases by Using Natural Acid Catalysts. *International Journal of Science and Research*, 4(2): 121-127
- Watsiqotul., Sunardi., dan Leo Agung., 2018. Peran Manusia Sebagai Khalifah Allah di Muka Bumi Prespektif Ekologis Dalam Ajaran Islam. *Jurnal Peneltian*. Vol. 12, No. 2: 365-378.
- Zarei, M., dan Jarrahpour, A. 2011. Green and Efficient Synthesis of Azo Schiff Bases. *Irian Journal of Science & Technology*, A3: 235-242.

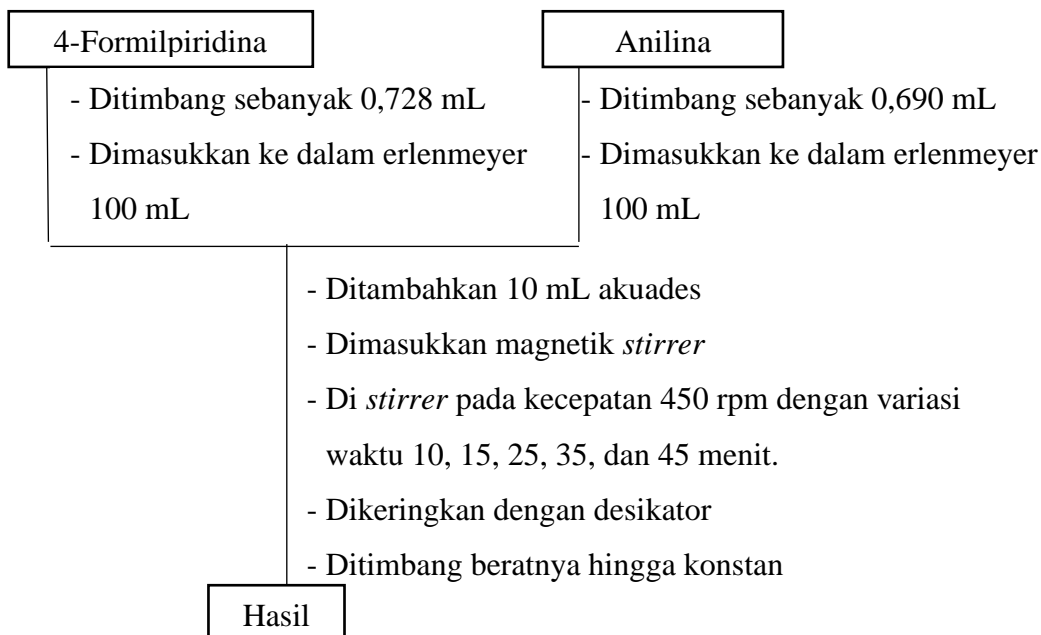
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Rancangan Penelitian

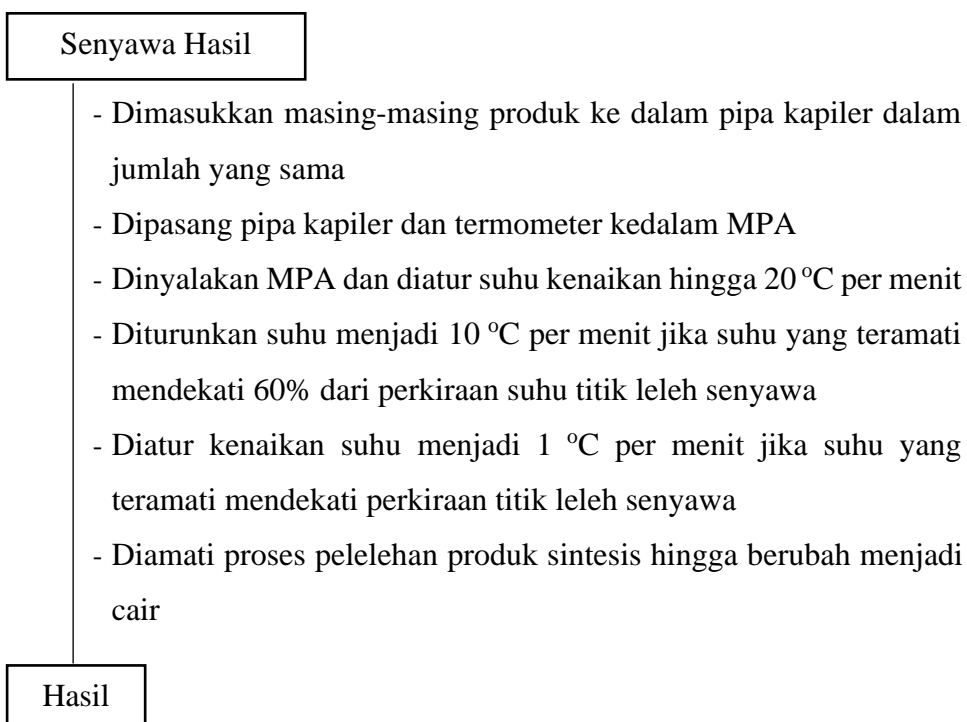


## Lampiran 2. Diagram Alir

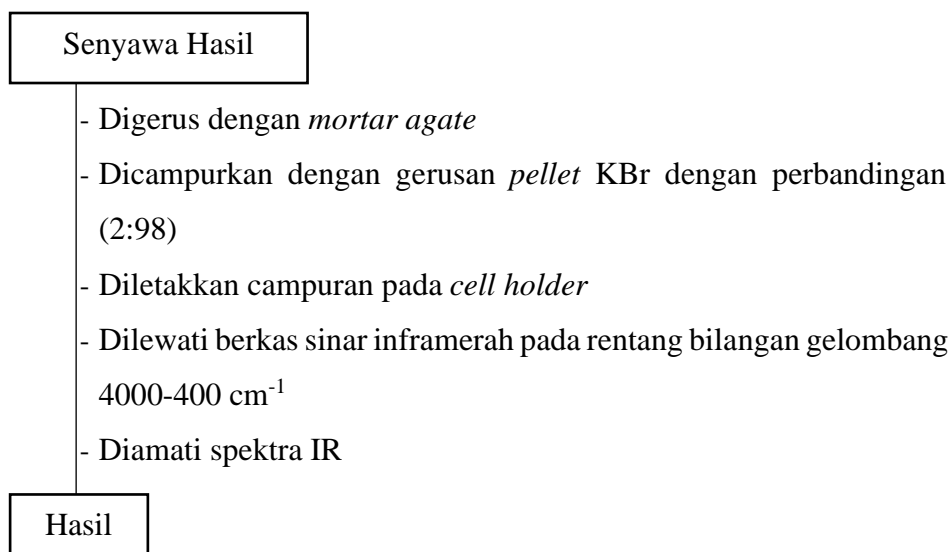
### L.2.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Pengadukan.



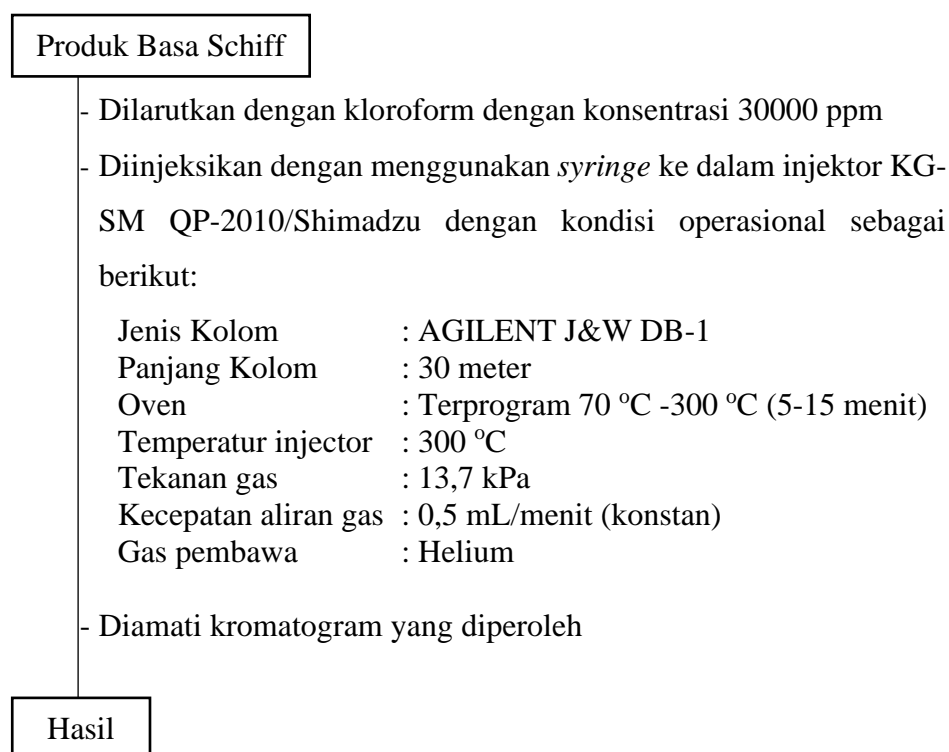
### L.2.2 Uji Titik Leleh Menggunakan MPA



### L.2.3 Karakterisasi Produk dengan Spektroskopi FTIR



### L.2.4 Karakterisasi Produk dengan KG-SM



**L.2.5 Karakterisasi Produk dengan Spektroskopi NMR****Produk Sintesis Terbaik**

- Dilarutkan dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$
- Ditambahkan sejumlah kecil TMS sebagai internal standar
- Dimasukkan dalam tabung NMR sampai kedalaman 4,5 cm didalam tabung (tempat sampel)
- Diputar sekitar sumbunya untuk mengusahakan agar semua bagian dari larutan terkena medan magnet yang sama
- Dioperasikan instrumen NMR tipe Agilent DD2 dengan kekuatan medan magnet 500 MHz, hingga muncul signal  $^1\text{H}$ -NMR

**Hasil**

### Lampiran 3. Perhitungan

#### L.3.1 Penentuan massa 4-formilpiridina (97%) 0,0075 mol yang digunakan

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_6\text{H}_5\text{NO} \\
 \text{Densitas} &= 1,137 \text{ gr/mL} \\
 \text{BM senyawa} &= 107,11 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,0075 \text{ mol} \\
 \text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,0075 \text{ mol} \times 107,11 \text{ g/mol} \\
 &= 0,8033 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned}
 \frac{97 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{Massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\
 \frac{97 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{0,8033 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}} \\
 \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 0,8033 \text{ g}}{97 \text{ g}} \\
 &= 0,8281 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Volume yang dipipet} &= \frac{\text{Massa yang ditimbang}}{\text{Densitas}} \\
 &= \frac{0,8281 \text{ g}}{1,137 \text{ gr/mL}} \\
 &= 0,728 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

#### L.3.2 Penentuan massa anilina (99%) 0,0075 mol yang digunakan

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_6\text{H}_7\text{N} \\
 \text{Densitas} &= 1,022 \text{ gr/mL} \\
 \text{BM senyawa} &= 93,13 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,0075 \text{ mol} \\
 \text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,0075 \text{ mol} \times 93,13 \text{ g/mol} \\
 &= 0,6984 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned}
 \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{Massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\
 \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{0,6984 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}} \\
 \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 0,6984 \text{ g}}{99 \text{ g}}
 \end{aligned}$$



$$\begin{aligned}
 &= 0,7054 \text{ g} \\
 \text{Volume yang dipipet} &= \frac{\text{Massa yang ditimbang}}{\text{Densitas}} \\
 &= \frac{0,7054 \text{ g}}{1,022 \text{ gr/mL}} \\
 &= 0,69 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

### L.3.3 Penentuan massa hasil sintesis N-(piridina-4-ilmetilena) Anilinasecara teoritis

Reaksi: 4-formilpiridina (1) + anilina (2)  $\longrightarrow$  N-(piridina-4-ilmetilena)  
Anilina (3) + Air.

Reaksi	Senyawa (1)	+	Senyawa (2)	$\longrightarrow$	Senyawa (3)
Mula-mula	0,075 mol		0,075mol		-
Reaksi					-
Setimbang	-		-		0,075 mol

Rumus molekul senyawa (3) =  $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{N}_2$

Mol produk = 0,075 mol

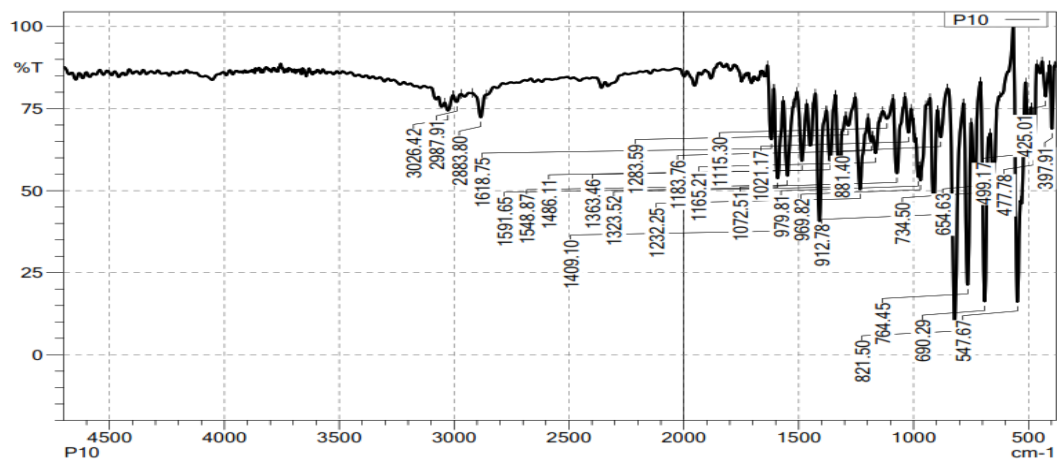
Berat molekul produk = 182,22 g/mol

Massa Produk = BM produk x Mol produk  
 $= 182,22 \text{ g/mol} \times 0,075 \text{ mol}$   
 $= 1,366 \text{ gram}$

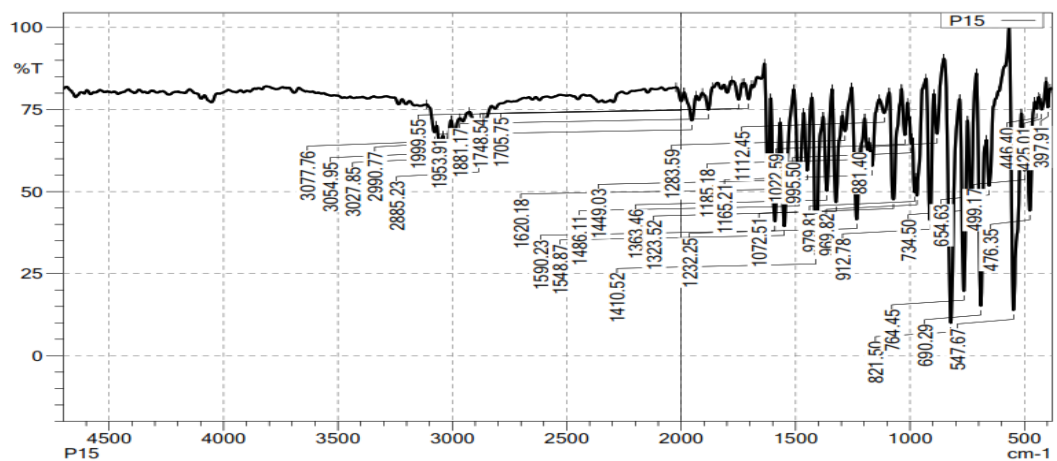
## Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

### L.4.1 Hasil Karakterisasi FTIR

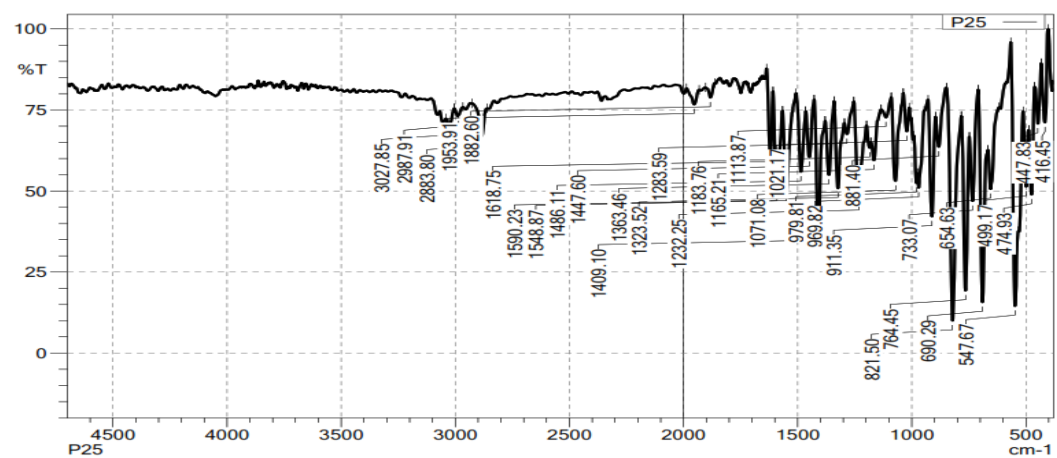
#### L.4.1.1 Hasil Karakterisasi FTIR P<sub>10</sub>



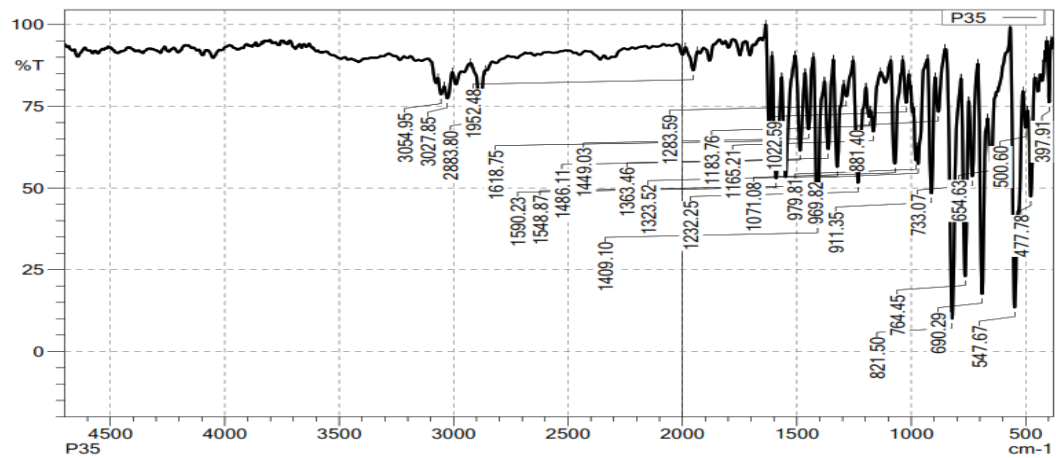
#### L.4.1.2 Hasil Karakterisasi FTIR P<sub>15</sub>



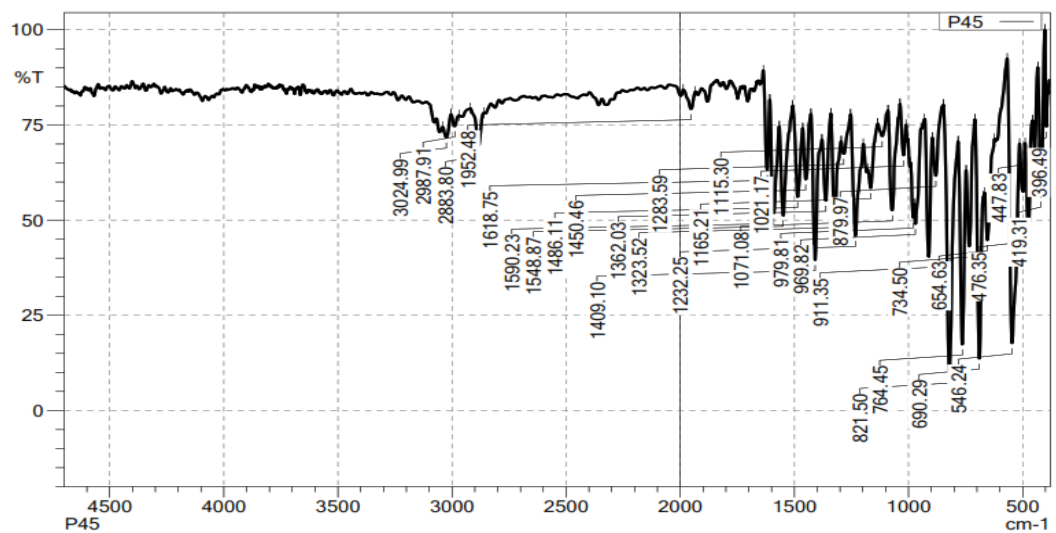
#### L.4.1.3 Hasil Karakterisasi FTIR P<sub>25</sub>



#### L.4.1.4 Hasil Karakterisasi FTIR P<sub>35</sub>

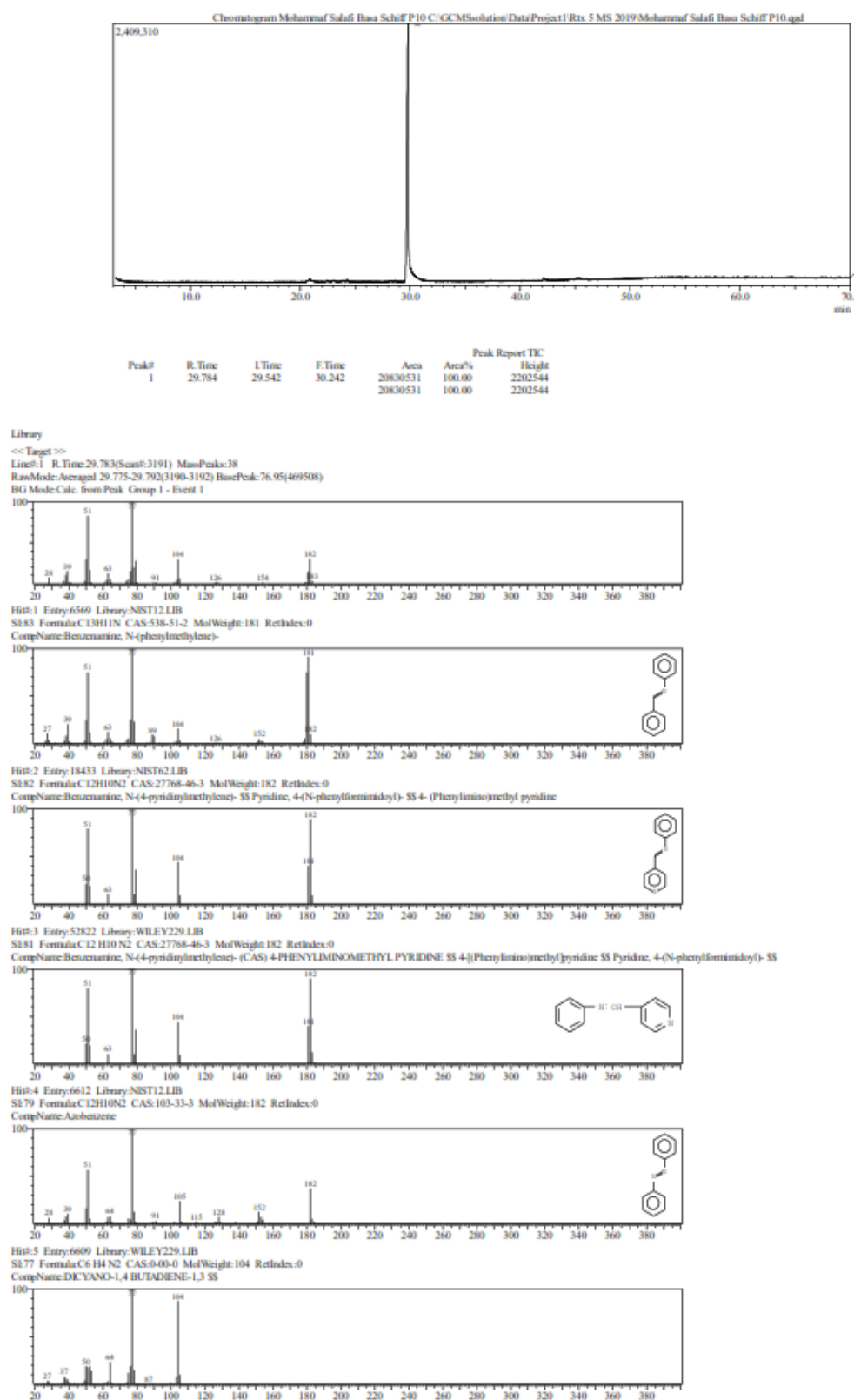


#### L.4.1.4 Hasil Karakterisasi FTIR P<sub>45</sub>

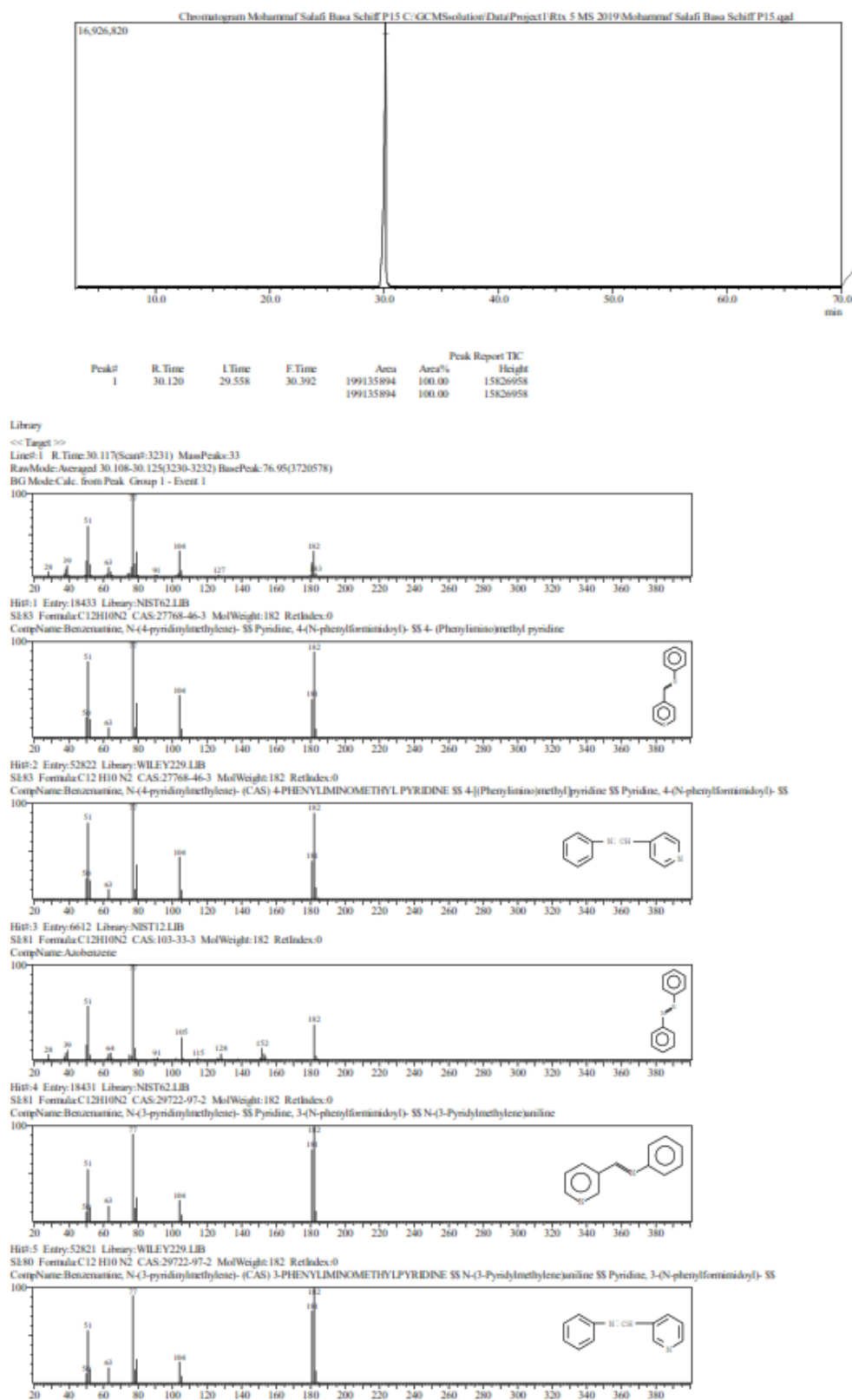


## L.4.2 Hasil Karakterisasi KG-SM

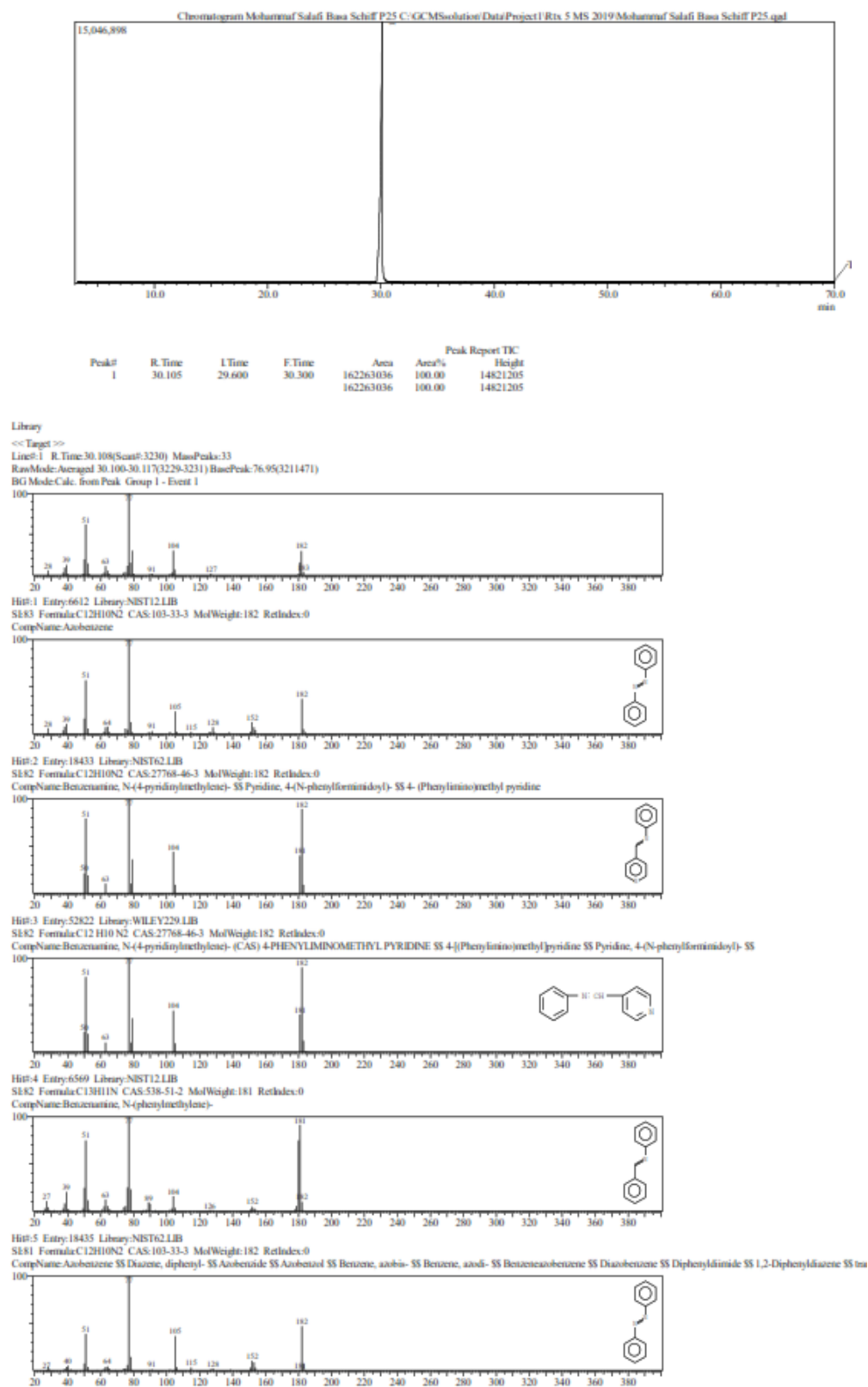
### L.4.2.1 Hasil Karakterisasi KG-SM P<sub>10</sub>



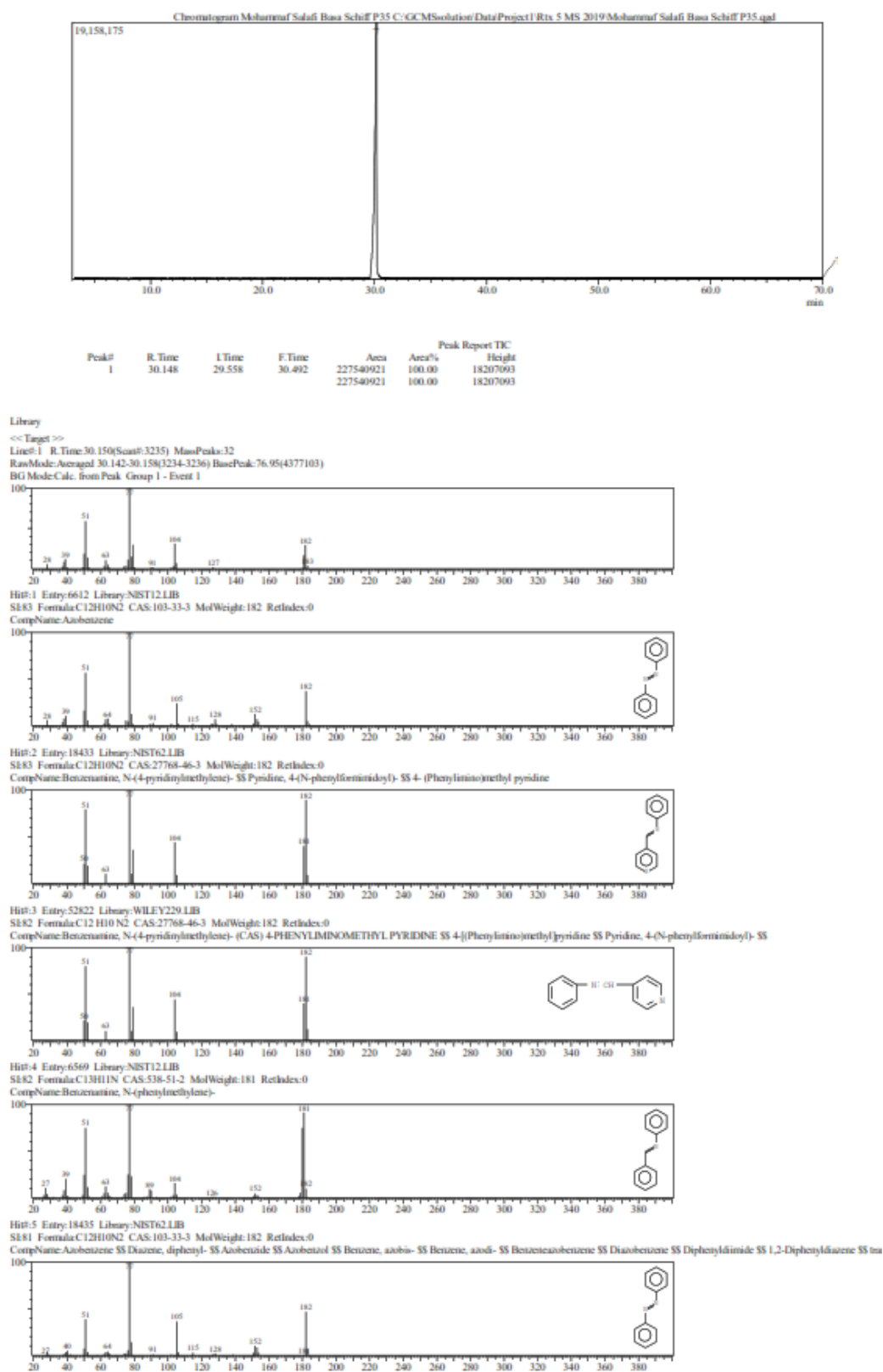
### L.4.2.2 Hasil Karakterisasi KG-SM P<sub>15</sub>



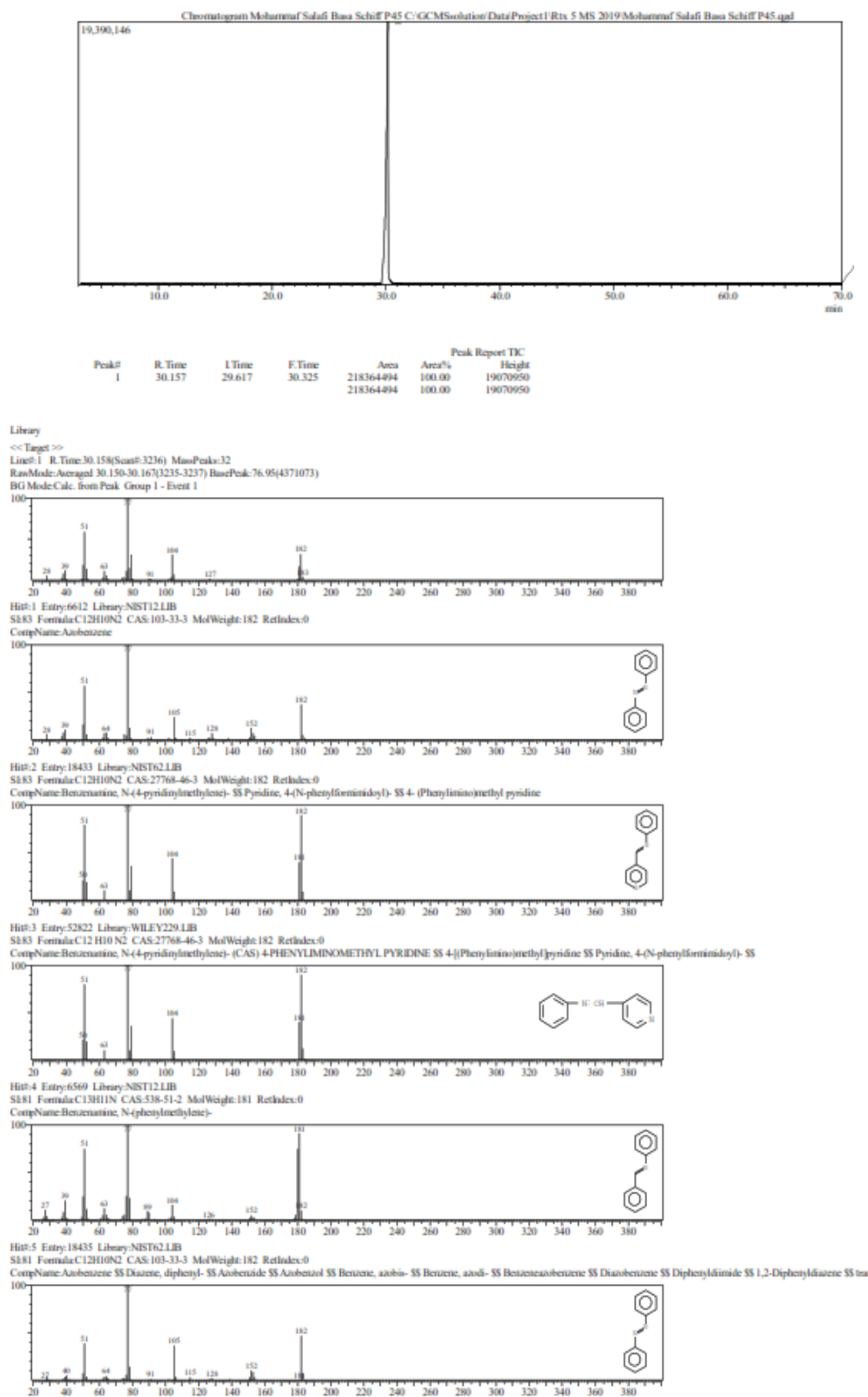
### L.4.2.3 Hasil Karakterisasi KG-SM P<sub>25</sub>



### L.4.2.4 Hasil Karakterisasi KG-SM P<sub>35</sub>



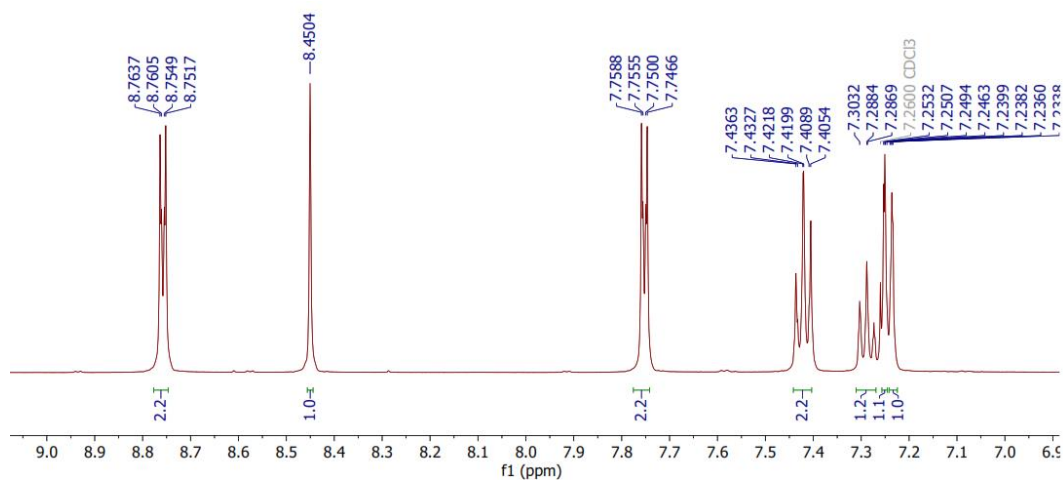
### L.4.2.5 Hasil Karakterisasi KG-SM P<sub>45</sub>



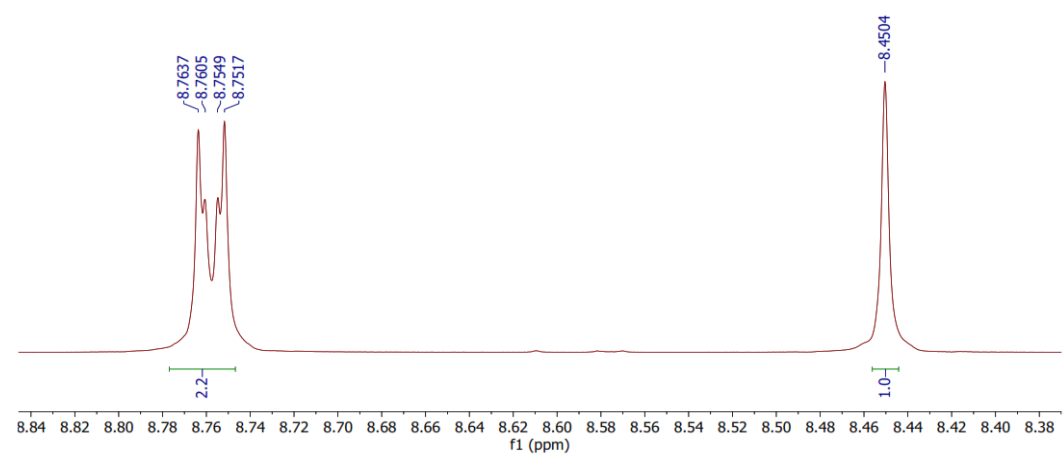
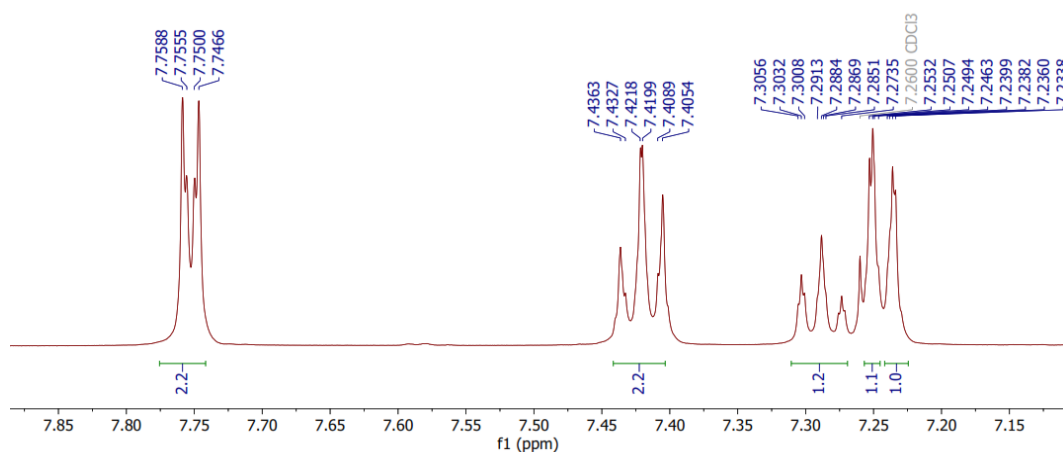


### L.4.3 Hasil Karakterisasi $^1\text{H}$ -NMR

#### L.4.3.1 Hasil Karakterisasi $^1\text{H}$ -NMR



#### L.4.3.2 Hasil Karakterisasi $^1\text{H}$ -NMR Perbesar 1x



### Lampiran 5. Identifikasi Bahaya dan Penilaian Resiko

#### IDENTIFIKASI BAHAYA DAN PENILAIAN RESIKO KEGIATAN PENELITIAN MAHASISWA

	PROGRAM STUDI KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UIN MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG	IDENTIFIKASI BAHAYA DAN PENILAIAN RESIKO	PENELITIAN			
			JUMLAH HALAMAN: 4			
JUDUL PENELITIAN: SINTESIS BASA SCHIFF DARI 4-FORMILPIRIDINA DAN ANILINA MENGGUNAKAN METODE PENGADUKAN (PELARUT AIR)						
No	Tahapan Kerja Penelitian	Potensi Bahaya	Upaya Pengendalian	Level		Tingkat Bahaya (R x P)
				Resiko (R)	Peluang (P)	
1.	Ditimbang 4-formilpiridina dan anilina dalam neraca analitik	Reaktan tumpah mengenai kulit	<ul style="list-style-type: none"><li>Berhati-hati saat mengambil reaktan</li><li>Gunakan Alat Pelindung Diri (APD) yang sesuai</li></ul>	1	1	1
2.	Di <i>stirrer</i> campuran 4-formilpiridina dan anilina dengan pelarut air	<p>Campuran tumpah dan mengenai kulit, mata, tidak sengaja tertelan atau terhirup</p> <p>4-formilpiridina jika terkena kulit dapat menyebabkan iritasi</p> <p>Anilina jika terkena kulit dapat menyebabkan iritasi.</p>	<ul style="list-style-type: none"><li>Kontak dengan mata: Segera bilas mata dengan banyak air selama ±15 menit. Gunakan air hangat untuk membilas dan meminta bantuan medis</li><li>Kontak dengan kulit: Basuh dengan banyak air selama ±15 menit dan lepas pakaian yang terkontaminasi. Jika serius, cuci tangan dengan disinfektan dan olesi dengan krim antibakteri, lalu hubungi pihak medis</li><li>Terhirup: Hirup udara segar. Jika sulit bernapas, berikan oksigen dan meminta bantuan medis</li><li>Terhirup parah: Evakuasi korban ke area yang aman sesegera mungkin. Longgarkan pakaian ketat seperti</li></ul>	2	2	4

			<p>kerah, dasi, ikat pinggang atau ikat pinggang. Jika sulit bernafas, berikan oksigen. Jika korban tidak bernafas. Carilah bantuan medis.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Tertelan: Jangan dimuntahkan secara sengaja tanpa arahan dari petugas medis. Jika, tidak sadarkan diri jangan berikan apapun lewat mulut dan longgarkan pakaian yang ketat</li> <li>- Gunakan APD yang sesuai</li> </ul>			
3.	Penyaringan produk sintesis	<p>Corong gelas dan gelas <i>beaker</i> jatuh dan pecah</p> <p>Sampel terkontak dengan tubuh</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Segera bersihkan tempat dengan air dan tisu</li> <li>- Buang sisa pecahan gelas</li> <li>- Kontak dengan mata: Segera bilas mata dengan banyak air selama <math>\pm 15</math> menit dan meminta bantuan medis</li> <li>- Kontak dengan kulit: Basuh dengan banyak air selama <math>\pm 15</math> menit dan lepas pakaian yang terkontaminasi. Jika serius, cuci tangan dengan disinfektan dan olesi dengan krim antibakteri, lalu hubungi pihak medis</li> <li>- Terhirup: Hirup udara segar. Jika sulit bernapas, berikan oksigen dan meminta bantuan medis</li> <li>- Tertelan: Jangan dimuntahkan secara sengaja tanpa arahan dari petugas medis. Jika, tidak sadarkan diri jangan berikan apapun lewat mulut dan longgarkan pakaian yang ketat</li> <li>- Gunakan APD yang sesuai</li> </ul>	1	1	1
4.	Uji titik leleh senyawa produk sintesis	Termometer, pipa kapiler terjatuh dan pecah	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Buang sisa pecahan gelas</li> </ul>	1	1	1
5.	Identifikasi produk sintesis basa Schiff dengan spektroskopi FTIR	Jika kontak dengan KBr terlalu banyak dapat menyebabkan gangguan inhalasi	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Gunakan APD yang sesuai</li> <li>- Kontak dengan kulit: Basuh dengan banyak air selama <math>\pm 15</math> menit</li> <li>- Terhirup: Hirup udara segar. Jika sulit bernapas, berikan oksigen dan meminta bantuan medis</li> </ul>	1	1	1

6.	Identifikasi produk sintesis basa Schiff dengan KG-SM	Sampel tertumpah dan terhirup	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Kontak dengan mata: Segera bilas mata dengan banyak air selama <math>\pm 15</math> menit dan meminta bantuan medis</li> <li>- Kontak dengan kulit: Basuh dengan banyak air selama <math>\pm 15</math> menit dan lepas pakaian yang terkontaminasi. Jika serius, cuci tangan dengan disinfektan dan olesi dengan krim antibakteri, lalu hubungi pihak medis</li> <li>- Terhirup: Hirup udara segar. Jika sulit bernapas, berikan oksigen dan meminta bantuan medis</li> <li>- Tertelan: Jangan dimuntahkan secara sengaja tanpa arahan dari petugas medis. Jika, tidak sadarkan diri jangan berikan apapun lewat mulut dan longgarkan pakaian yang ketat</li> <li>- Gunakan APD yang sesuai</li> </ul>	1	1	1
7.	Identifikasi produk sintesis basa Schiff dengan $^1\text{H-NMR}$	Sampel tumpah dan terhirup  Jika kontak dengan $\text{CDCl}_3$ dapat menyebabkan iritasi	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Kontak dengan mata: Segera bilas mata dengan banyak air selama <math>\pm 15</math> menit dan meminta bantuan medis</li> <li>- Kontak dengan kulit: Basuh dengan banyak air selama <math>\pm 15</math> menit dan lepas pakaian yang terkontaminasi. Jika serius, cuci tangan dengan disinfektan dan olesi dengan krim antibakteri, lalu hubungi pihak medis</li> <li>- Terhirup: Hirup udara segar. Jika sulit bernapas, berikan oksigen dan meminta bantuan medis</li> <li>- Tertelan: Jangan dimuntahkan secara sengaja tanpa arahan dari petugas medis. Jika, tidak sadarkan diri jangan berikan apapun lewat mulut dan longgarkan pakaian yang ketat</li> <li>- Gunakan APD yang sesuai</li> </ul>	1	1	1

**KETERANGAN:**

RESIKO: merupakan suatu nilai yang ditetapkan untuk menentukan suatu tingkatan dampak atau akibat berdasarkan keparahan yang disebabkan oleh kecelakaan kerja  
 Level 1: Tidak cidera, kerugian biaya rendah, kerusakan peralatan ringan

PELUANG: merupakan suatu nilai yang ditetapkan untuk menentukan tingkat frekuensi terhadap kejadian kecelakaan kerja  
 Level 1: Hampir tidak pernah terjadi

Level 2: Cidera ringan (hanya membutuhkan P3K), peralatan rusak ringan Level 3: Menyebabkan cidera yang memerlukan perawatan medis ke rumah sakit, peralatan rusak sedang Level 4: Menyebabkan cidera yang menyebabkan cacatnya anggota tubuh permanen, peralatan rusak berat Level 5: Menyebabkan korban jiwa (kematian), peralatan rusak berat				
Level 2: Frekuensi kejadian jarang terjadi waktu tahunan Level 3: Frekuensi kejadian sedang dalam waktu bulanan Level 4: Hampir 100% terjadi kejadian tersebut Level 5: 100% kejadian pasti terjadi				
TINGKAT BAHAYA: merupakan hasil kali perkalian dari Resiko (R) dan Peluang (P) sebagai tetapan tingkat bahaya dari suatu pekerjaan yang dilakukan SKOR: 1 – 4 Rendah Masih dapat ditoleransi 5 – 10 Sedang Dikendalikan sampai batas toleransi 11-25 Tinggi Pemantauan intensif dan pengendalian				
	Disusun oleh: Mahasiswa Peneliti	Telah diperiksa oleh:		Telah disetujui oleh: Program Studi Kmia
		Pembimbing I	Pembimbing II	
Tanggal	26 Oktober 2020	26 Oktober 2020	26 Oktober 2020	26 Oktober 2020
Tanda Tangan				
Nama	Mochamad Ichrom Salafi	Rachmawati Ningsih, M.Si	Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I	Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIM/ NIPT/NIP	NIM. 16630005	NIP. 19810811 200801 2 010	NIPT. 201402011409	NIP. 19790620 200604 2 002